

**PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATÓLICA DEL  
PERÚ**

**Escuela de Posgrado**



**Caracterización electrónica de óxidos semiconductores  
dependiente de la temperatura:  
implementación experimental y análisis físico**

Tesis para obtener el grado académico de  
Maestro en Física Aplicada que presenta:

**David Luciano Céspedes Berrocal**

Asesor:

**Prof. Dr. Jorge Andrés Guerra Torres**

Lima, 2025


## Informe de Similitud

Yo, **Jorge Andrés Guerra Torres**, docente de la Escuela de Posgrado de la Pontificia Universidad Católica del Perú, asesor de la tesis titulada “Caracterización electrónica de óxidos semiconductores dependiente de la temperatura: implementación experimental y análisis físico” del autor **David Luciano Céspedes Berrocal**, dejo constancia de lo siguiente:

- El mencionado documento tiene un índice de puntuación de similitud de 10%. Así lo consigna el reporte de similitud emitido por el software *Turnitin* el 11/08/2025.
- He revisado con detalle dicho reporte y la Tesis, y no se advierten indicios de plagio.
- Las citas a otros autores y sus respectivas referencias cumplen con las pautas académicas.

Lugar y fecha:

San Miguel, 11 de agosto de 2025

Apellidos y nombres del asesor: <u>Jorge Andrés Guerra Torres</u>	
DNI: 46163725	Firma 
ORCID: 0000-0002-1734-6660	



*A los que no pueden recordar.*

# Agradecimientos

El presente trabajo de tesis se desarrolló en el marco del proyecto de investigación financiado por “USA Air Force Office of Scientific Research” (AFOSR), contrato FA9550-25-1-0006. Deseo expresar mi agradecimiento al profesor Dr. Jorge Andrés Guerra Torres, por su invaluable guía en el desarrollo de la tesis. Ha sido una experiencia muy enriquecedora trabajar bajo la dirección del profesor Andrés. Su marcado compromiso con la enseñanza y la investigación, así como su constante motivación a sus estudiantes para dar lo mejor de sí, han sido fundamentales en este proceso. También extiendo mi agradecimiento al Centro de Microanálisis (CAM), por facilitarme el acceso a los equipos de caracterización necesarios para el desarrollo de este trabajo. Asimismo, agradezco a mis profesores y compañeros de la maestría por las conversaciones y debates que contribuyeron en mi formación académica. Quisiera expresar mi gratitud a mis compañeros del grupo de Materiales y Energías Renovables (MatER-PUCP) que hicieron amena esta experiencia, a Fabiola Bravo, Erick Serquén y Sebastián Huatuco; en especial a Luis Enrique y Shreelekha Mishra, les agradezco profundamente por su ayuda en el desarrollo de este trabajo. Finalmente, a mi familia y amigos, gracias por su compañía y aliento constante a lo largo de este camino. A todos ustedes, gracias por hacer posible este trabajo.

# Resumen

Se implemento y automatizo un sistema de efecto Hall para medir las propiedades eléctricas tales como, resistividad, movilidad, densidad y tipo de portador de carga en películas delgadas. Adicionalmente este sistema de medición fue implementado para realizar medidas en el rango de  $-190^{\circ}\text{C}$  hasta  $350^{\circ}\text{C}$ , para temperaturas criogénicas se usó nitrógeno líquido, mientras que para altas temperaturas se utilizó un calefactor embebido en la plataforma de medida. Con el objetivo de evaluar el sistema implementado se crecieron películas delgadas de óxido de zinc dopado con aluminio (AZO) por pulverización catódica. Para probar el sistema de medición en altas temperaturas se calentaron películas delgadas de AZO con diferentes condiciones, para encontrar una muestra estable en un amplio rango de temperaturas. Con el sistema implementado se calculó las energías de activación para una película delgada de carburo de silicio nitrogenado.

# Abstract

A Hall effect system was implemented and automated to measure electrical properties such as resistivity, mobility, carrier density, and type of charge carrier in thin films. Additionally, this measurements system was implemented to perform measurements in the range from  $-190^{\circ}\text{C}$  to  $350^{\circ}\text{C}$ . For cryogenic temperatures, liquid nitrogen was used, while for high temperatures, a heater embedded in the measurement platform was used. In order to evaluate the implemented system, aluminium-doped zinc oxide (AZO) thin films were grown by sputtering. To test the measurement system at high temperatures, AZO thin films were heated under different conditions to find a stable sample over a wide temperature range. With the implemented system, activation energies were calculated for a thin film of nitrogenated silicon carbide  $\text{SiC:N}$ .

# Índice general

<b>1. Introducción</b>	<b>10</b>
<b>2. Marco Teórico</b>	<b>12</b>
2.1. Semiconductores.....	12
2.1.1. Semiconductores intrínsecos.....	13
2.1.2. Semiconductores extrínsecos .....	15
2.2. Transporte eléctrico.....	16
2.2.1. Masa efectiva.....	16
2.2.2. Dispersión de electrones .....	17
2.2.3. Tiempo de relajación.....	18
2.2.4. Conductividad eléctrica.....	19
2.3. Energía de defectos.....	21
2.4. Método de Van der Pauw .....	21
2.5. Efecto Hall.....	24
<b>3. Metodología experimental</b>	<b>26</b>
3.1. Instrumentación.....	27
3.2. Control del ruido y consideraciones experimentales .....	28
3.2.1. Ruido de Johnson.....	28
3.2.2. Desplazamiento termoeléctrico ( $V_{TE}$ ) .....	29
3.2.3. Corriente por desalineamiento.....	30
3.3. Control y automatización .....	32
3.3.1. Corriente máxima.....	33
3.3.2. Curvas IV .....	34
3.3.3. Van der Pauw.....	35
3.3.4. Efecto Hall .....	37

3.3.5. Cálculo de movilidad y guardado de datos.....	38
3.4. Implementación de medidas dependientes de la temperatura.....	39
3.4.1. Implementación para medidas en alta temperatura.....	39
3.4.2. Implementación para medidas a baja temperatura .....	40
3.5. Preparación de muestras.....	41
<b>4. Resultados y discusión</b>	<b>46</b>
4.1. Estabilidad y repetibilidad del sistema .....	46
4.1.1. Estabilidad a temperatura ambiente .....	46
4.1.2. Variación de $\Delta R_H$ con la temperatura.....	47
4.1.3. Estabilidad del voltaje dependiente de la temperatura.....	48
4.2. Propiedades eléctricas dependientes de la temperatura.....	50
4.2.1. AZO calentado en argón a 500°C por 2 horas.....	51
4.2.2. AZO medido en vacío.....	54
4.2.2.1. AZO sin tratamiento térmico .....	57
4.2.2.2. AZO tratado por choque térmico en Ar a 300°C por 1 hora .....	59
4.2.3. AZO calentado en nitrógeno a 500°C por 2 horas .....	60
4.2.4. AZO calentado en argón a 500°C por 2 horas luego en nitrógeno a 400°C con una rampa de 3°C/min .....	63
4.3. AZO con diferentes tratamientos térmicos .....	66
4.4. Cálculo de la energía de los defectos en SiC:N.....	68
<b>5. Conclusiones</b>	<b>70</b>
<b>6. Bibliografía</b>	<b>72</b>

# Índice de figuras

2.1. Comparación de las bandas de energía de un metal, un semiconductor y un aislante.	13
2.2. Distribución de Fermi para diferentes temperaturas, y la densidad de estados. Conforme aumenta la temperatura, más estados son ocupados por electrones. El área sombreada representa la ocupación en la densidad de estados de conducción, correspondiente a la densidad de portadores de carga.	14
2.3. Diagrama de los niveles donadores y aceptores dentro de la banda prohibida.	15
2.4. Conexión de la configuración de Vander Pauw.	22
2.5. Factor de forma vs. $R_{12,34}/R_{23,41}$	23
2.6. Esquema del efecto Hall.	24
3.1. Sistema de medición de propiedades eléctricas compuesto de 1) Fuente de corriente, 2) Controlador de temperatura, 3) Picoamérmetro, 4) Nanovoltímetro, 5) Conmutador con tarjeta de efecto Hall, 6) Imán y 7) Plataforma de medida. Adicionalmente el sistema tiene capacidad de conectar bomba de vacío, bomba de agua y bomba de nitrógeno líquido, depende de la temperatura de medida.	26
3.2. Diagrama de bloques de las conexiones de los instrumentos del sistema.	28
3.3. Curvas voltaje vs corriente en configuración de efecto Hall, línea negra ( $T=19^{\circ}\text{C}$ ), línea roja ( $T=100^{\circ}\text{C}$ ) se desplaza hacia voltajes positivos.	30
3.4. Curvas corriente vs voltaje en configuración de efecto Hall. EL cuadro ampliado muestra que incluso en ausencia de campo magnético ( $B=0\text{T}$ ) se registra un voltaje comparable al medido para campo positivo o negativo.	31
3.5. Programa de control del sistema implementado, con pestañas para medir curvas I-V, Van der Pauw, efecto Hall y movilidad.	32
3.6. Algoritmo de la subrutina base donde el principal parámetro de entrada es la lista de canales del conmutador, luego se configuran los instrumentos para medir corriente y voltaje.	33

3.7. Pestaña para medir y graficar curvas I-V, permite seleccionar los puntos en los que se miden estas curvas, ajustar el rango de medida y el número de puntos que se miden.	35
3.8. Pestaña para medir resistividad por el método de Van der Pauw, para un rango de corriente. Determina la resistividad, factor de forma entre otros parámetros relevantes.	36
3.9. Curva I-V de la medida de efecto Hall, muestra las curvas correspondientes de medir $I_{24}V_{31}$ y $I_{31}V_{24}$ usando campo magnético positivo.	38
3.10. Curva I-V de la medida de efecto Hall, muestra las curvas correspondientes de medir $I_{24}V_{31}$ y $I_{31}V_{24}$ usando campo magnético positivo y negativo. Determina el coeficiente de Hall, densidad y tipo de portadores de carga entre otros parámetros relevantes.	38
3.11. Pestaña de control para el cálculo de la movilidad y el guardado de datos.	39
3.12. Diagrama de conexiones de los accesorios necesarios para medir en alta temperatura.	40
3.13. Comparación a $-190^{\circ}\text{C}$ entre medir sin purgar (a) y purgando (b) la plataforma de medida. Purgar reduce considerablemente la formación de hielo.	40
3.14. Diagrama de conexiones de los accesorios necesarios para medir a baja temperatura.	41
3.15. Equipo de Sputtering con capacidad de 3 magnetrones y rotación de los sustratos durante la deposición.	42
3.16. Ubicación de los sustratos. Se ubican los sustratos de silicio en la diagonal para verificar la uniformidad de la deposición posteriormente.	42
3.17. Modelo óptico, se usó silicio como sustrato, una capa de AZO modelada con osciladores de Tauc Lorentz y una capa de rugosidad (EMA) entre el AZO y el aire.	43
3.18. Medidas de $\Psi$ (a), $\Delta$ (b) vs longitud de onda obtenidas por elipsometría, para películas delgadas de AZO con diferentes ángulos de incidencia, el ajuste permite determinar el espesor del AZO.	44
3.19. Horno tubular. Consiste en un tubo de cuarzo con capacidad de vacío hasta $4 \times 10^{-5}\text{mbar}$ , además permite inyectar un flujo gas contante a baja presión durante el tratamiento térmico.	45
3.20. Plataforma de medida, con capacidad de vacío y calentar la muestra.	45
4.1. Propiedades de transporte eléctrico medidas a lo largo de 5 días con los mismos parámetros, resistividad (a), densidad de portadores (b) y movilidad (c). Se muestra el valor promedio y el error para cada medida.	47
4.2. Variación del coeficiente del Hall ( $\Delta R_H$ ) vs temperatura para bajas temperaturas (a) y altas temperaturas (b) en una muestra de AZO. El $\Delta R_H$ aumenta conforme se aleja de la temperatura ambiente.	48

4.3. Voltaje vs tiempo, la línea azul ( $T=19^{\circ}\text{C}$ ) es estable en el tiempo, mientras que la línea roja ( $T=100^{\circ}\text{C}$ ) parece desconectarse. ....	49
4.4. Ajuste de la presión mediante el tornillo regulador. Se muestra puntas sueltas (a) y puntas ajustadas (b).....	49
4.5. Voltaje vs tiempo considerando el impacto de solo de la bomba de vacío (a), solo bomba de agua (b), y bombas de vacío y agua operando a la vez (c) en una medida de efecto Hall a una temperatura de $100^{\circ}\text{C}$ . ....	50
4.6. Resistividad vs temperatura de AZO tratado por choque térmico en Ar a $500^{\circ}\text{C}$ por 2 horas. La resistividad disminuye con la temperatura lo que revela comportamiento semiconductor.....	52
4.7. Coeficiente de Hall (a) y variación del coeficiente de Hall (b) vs temperatura de AZO tratado por choque térmico en Ar a $500^{\circ}\text{C}$ por 2 horas. Cada punto de temperatura se mide 3 veces.....	52
4.8. Densidad de portadores de carga vs temperatura de AZO tratado por choque térmico en Ar a $500^{\circ}\text{C}$ por 2 horas, la densidad de portadores aumenta con la temperatura algo esperado en un semiconductor. ....	53
4.9. Movilidad vs temperatura de AZO tratado por choque térmico en Ar a $500^{\circ}\text{C}$ por 2 horas. La movilidad aumenta con la temperatura. ....	53
4.10. Resistividad vs temperatura. AZO sin tratamiento térmico (a), AZO tratado por choque térmico en Ar a $300^{\circ}\text{C}$ por 1 hora (b). Se repite la medida 3 veces para cada temperatura. ....	54
4.11. Coeficiente de Hall ( $R_H$ ) vs temperatura. AZO sin tratamiento térmico (a), AZO tratado por choque térmico en Ar a $300^{\circ}\text{C}$ por 1 hora (b). Se repite la medida 3 veces para cada temperatura. La dispersión de los puntos medidos a la misma temperatura incrementa con la tempera. ....	55
4.12. Variación del coeficiente de Hall ( $\Delta R_H$ ) vs temperatura. AZO sin tratamiento térmico (a) AZO tratado por choque térmico en Ar a $300^{\circ}\text{C}$ por 1 hora (b). Se repite la medida 3 veces para cada temperatura. El $\Delta R_H$ incrementa con la temperatura. ....	55
4.13. Densidad de portadores de carga vs temperatura en AZO sin tratamiento térmico (a), el comportamiento de la densidad de portadores cambia alrededor de $450\text{K}$ . AZO tratado por choque térmico en Ar a $300^{\circ}\text{C}$ por 1 hora (b). Se repite la medida 3 veces para cada temperatura. ....	56

4.14. Movilidad vs temperatura. AZO sin tratamiento térmico (a), AZO tratado por choque térmico en Ar a 300°C por 1 hora (b). Se repite la medida 3 veces para cada temperatura. La movilidad disminuye con la temperatura.....	56
4.15. Medida de efecto Hall de AZO sin tratamiento térmico al inicio a temperatura ambiente.....	58
4.16. Medida en configuración de efecto Hall (B=0T) de AZO sin tratamiento térmico luego de medir en alta temperatura. Se observa cambio de pendiente para corriente positiva y negativa.....	58
4.17. Frecuencia de plasma ( $\omega_p$ ) obtenida por elipsometría vs posición en la diagonal de AZO sin tratamiento térmico luego de la medida en alta temperatura. Se observa variación de $\omega_p$ con la posición. ....	59
4.18. Medidas de efecto Hall tomadas 323K (a), 523K(b) y 573K (c). Se repite la medida 3 veces en cada temperatura para comparar la repetibilidad.....	60
4.19. Resistividad vs temperatura de AZO tratado por choque térmico en N <sub>2</sub> a 500°C por 2 horas. Se repite la medida 3 para cada temperatura. la resistividad disminuye con la temperatura.....	61
4.20. Coeficiente de Hall (a), Variación del coeficiente de Hall (b) vs temperatura de AZO tratado por choque térmico en N <sub>2</sub> a 500°C por 2 horas. Se repite la medida 3 veces para cada temperatura. La dispersión de los resultados aumenta con la temperatura. ....	62
4.21. Densidad de portadores de carga vs temperatura de AZO tratado por choque térmico en N <sub>2</sub> a 500°C por 2 horas. Se repite la medida 3 veces para cada temperatura.....	62
4.22. Movilidad vs temperatura de AZO tratado por choque térmico en N <sub>2</sub> a 500°C por 2 horas. Se repite la medida 3 veces para cada temperatura.....	63
4.23. Resistividad vs temperatura de AZO con doble tratamiento térmico, se repite la medida 3 veces para cada temperatura. Los resultados son consistentes para temperaturas menores a 650K. ....	65
4.24. Coeficiente de Hall $R_H$ (a), variación del coeficiente de Hall $\Delta R_H$ (b) vs temperatura de AZO con doble tratamiento térmico. Se repite la medida 3 veces para cada temperatura, los resultados son repetibles hasta 650K.....	65
4.25. Densidad de portadores de carga vs temperatura de AZO con doble tratamiento térmico, la medida se repite 3 veces para cada temperatura. La densidad de portadores aumenta con la temperatura. ....	66
4.26. Movilidad vs temperatura de AZO con doble tratamiento térmico, la medida se repite 3 veces para cada temperatura. La movilidad disminuye con la temperatura. ....	66

- 4.27. Resistividad vs temperatura de SiC:N, la resistividad disminuye con la temperatura. 68
- 4.28. Gráfico de Arrhenius para SiC:N  $\text{Log}(\rho)$  vs  $1000/T$ , considerando una energía de activación (a) y dos energías de activación (b). ..... 68



# Índice de tablas

3.1. Lista de instrumentos y accesorios .....	27
3.2. Resistencia vs ruido del nanovoltímetro Keithley 2182A .....	29
3.3. Lista de canales para configurar el conmutador para la rutina corriente máxima. ....	34
3.4. Lista de opciones para el trazado de curva corriente-voltaje.....	34
3.5. Parámetros de entrada y valores de salida para la medida de Van der Pauw.....	35
3.6. Lista de canales para configurar el conmutador para medir Vander Pauw.....	36
3.7. Parámetros de entrada y salida para la medida efecto Hall. ....	37
3.8. Lista de canales para configurar el conmutador para medir efecto Hall.....	37
3.9. Resultado del análisis de composición elemental por EDX.....	43
3.10. Espesor de AZO crecido sobre silicio obtenido por elipsometría.....	44
4.1. Parámetros de medida.....	51
4.2. Propiedades de transporte eléctrico de AZO tratado por choque térmico en Ar a 500°C por 2 horas, antes de medir y luego de finalizar la medida, ambas medidas a temperatura ambiente. La incertidumbre asociada a los valores medidos está alrededor del 1 %.....	53
4.3. Propiedades de transporte eléctrico de AZO sin tratamiento térmico antes medir y después de finalizar la medida, ambas a temperatura ambiente. La incertidumbre asociada a los valores medidos está alrededor del 1 %.....	57
4.4. Propiedades de transporte eléctrico de AZO tratado por choque térmico en Ar a 300°C por 1 hora, antes y después de finalizar la medida, ambas a temperatura ambiente. La incertidumbre asociada a los valores medidos está alrededor del 1 %.....	57
4.5. Propiedades de transporte eléctrico de AZO tratado por choque térmico en N <sub>2</sub> a 500°C por 2 horas, antes de medir y después de finalizar la medida, ambas a temperatura ambiente. La incertidumbre asociada a los valores medidos está alrededor del 1 %.....	61

- 4.6. Propiedades de transporte eléctrico de una película delgada de AZO crecida, luego de un tratamiento térmico a 500°C en argón por choque térmico (CT), un tratamiento adicional usando una rampa de 3°C/min hasta 400°C en nitrógeno y luego de hacer medidas dependientes de la temperatura hasta 673K, todas las medidas son a temperatura ambiente. La incertidumbre asociada a los valores medidos está alrededor del 1 %..... 64
- 4.7. Propiedades de transporte eléctrico de AZO con diferentes tratamientos térmicos. La incertidumbre asociada a los valores medidos está alrededor del 1 %..... 67



# Capítulo 1

## Introducción

La caracterización de las propiedades de transporte eléctrico es fundamental en el estudio de materiales semiconductores. Propiedades como la resistividad, densidad de portadores de carga y movilidad pueden cambiar significativamente con la temperatura, y de hecho es posible determinar la posición energética de estados electrónicos dopantes al monitorear la variación de estas propiedades con la temperatura. Además, algunos materiales presentan una alta resistividad a temperatura ambiente, por lo que deben ser caracterizados a altas temperaturas [1]. En este sentido, la implementación de un sistema de efecto Hall es fundamental en todo laboratorio de ingeniería y ciencia de los materiales para el estudio de las propiedades de transporte eléctrico en una amplia gama de materiales funcionales. Estos incluyen semiconductores, óxidos transparentes conductores (TCO's), TCO's de alta movilidad (HM-TCO's) entre otros compuestos avanzados que son clave para el desarrollo de tecnologías optoelectrónicas [1-5].

El método de Van der Pauw, propuesto en 1958 para medir la resistividad de una muestra de forma arbitraria [6,7], continúa siendo uno de los métodos más usados para caracterizar las propiedades eléctricas de películas delgadas de una amplia variedad de materiales, incluidos semiconductores [8-10]. Una ventaja del método de Van der Pauw es que puede combinarse con medidas de efecto Hall, obteniendo información adicional como la densidad y tipo de portadores de carga, además de la movilidad.

En la actualidad hay sistemas de efecto Hall que emplean corriente directa (DC) y corriente alterna (AC) [11]. Los sistemas DC requieren de diferentes correcciones, como el desplazamiento en la señal debido a variaciones de temperatura o a corriente de desalineamiento [12]. No obstante, la ventaja de estos sistemas DC es que pueden implementarse con menos instrumentos sofisticados. En cambio, los sistemas AC requieren el uso indispensable un amplificador Lock-In para filtrar la señal y aumentar significativamente su sensibilidad.

El presente trabajo consiste en la implementación de un sistema DC de efecto Hall para la caracterización de propiedades eléctricas de semiconductores, con capacidad de realizar medidas en un amplio rango de temperaturas, desde condiciones criogénicas hasta altas temperaturas. En particular las pruebas realizadas en el marco de esta tesis están centradas en películas delgadas de óxido de zinc dopado con aluminio (AZO), y finalmente se realizan medidas sobre películas delgadas de carburo de silicio nitrogenado (SiC:N). Materiales estudiados actualmente por el grupo de Ciencia de Materiales y Energías Renovables (Mat-ER PUCP).

Para esto, la presente tesis se divide de la siguiente manera: el Capítulo 2 presenta el marco teórico, en la Sección 2.1 se presentan los conceptos fundamentales sobre semiconductores. La Sección 2.2 presenta los principios de transporte eléctrico. En la Sección 2.3 se aborda la energía asociada a defectos y como calcularlas. Las Secciones 2.4 y 2.5 presentan las bases del método de Van der Pauw y efecto Hall respectivamente.

En el Capítulo 3 se describe la metodología experimental empleada en este trabajo. La Sección 3.1 detalla la instrumentación utilizada para la implementación del sistema de efecto Hall. La sección 3.2 aborda las consideraciones experimentales necesarias para mitigar efectos que alteran la señal medida. La Sección 3.3 presenta la automatización del sistema y las rutinas que se pueden ejecutar, haciendo énfasis en la configuración de las puntas para cada tipo de medida de corriente-voltaje. En la sección 3.4 se detallan los accesorios necesarios para operar en el rango de temperatura de  $-190^{\circ}\text{C}$  a  $400^{\circ}\text{C}$ , así como las conexiones requeridas para este propósito. En la Sección 3.5 se describe la preparación de películas delgadas, así como su tratamiento para probar el sistema implementado.

El Capítulo 4 presenta los resultados obtenidos. En la Sección 4.1 se evalúa la estabilidad y repetibilidad de las medidas tomadas por el sistema. En la sección 4.2 se analizan las propiedades de transporte eléctrico de AZO dependiente de la temperatura. La Sección 4.3 aborda el impacto del tratamiento térmico en las propiedades eléctricas de AZO. En la Sección 4.4 se calcula la energía de activación asociada a defectos de SiC:N usando el sistema implementado. Finalmente, en el Capítulo 5 se resumen las conclusiones, principales resultados de este trabajo y las capacidades del sistema implementado.

# Capítulo 2

## Marco Teórico

A lo largo de este capítulo se desarrollan los fundamentos de materiales semiconductores, transporte eléctrico en un sólido, y cómo estas propiedades dependen de la temperatura. Asimismo, se presentan las técnicas para medir propiedades eléctricas de forma experimental mediante el método de Van der Pauw y efecto Hall.

### 2.1. Semiconductores

Se puede definir un material semiconductor como aquel cuya conductividad se encuentra entre la de un metal y un aislante [13]. Sin embargo, algunos semiconductores extrínsecos pueden tener una conductividad comparable a ciertos metales. Por ello, una definición más apropiada de un semiconductor es la de un material capaz de modificar su conductividad eléctrica. Esto último es una consecuencia de cambios en la densidad de carga y en la posición energética del nivel de Fermi. Además, en los semiconductores, al igual que en otros materiales, los electrones ocupan bandas de energía. Estos presentan una banda de conducción y una de valencia, la diferencia entre el mínimo de conducción y el máximo de valencia se denomina ancho de banda prohibido ( $E_g$ ), como se muestra en la figura 2.1. El ancho de banda tiene un impacto importante sobre las propiedades de transporte a distintas temperaturas.

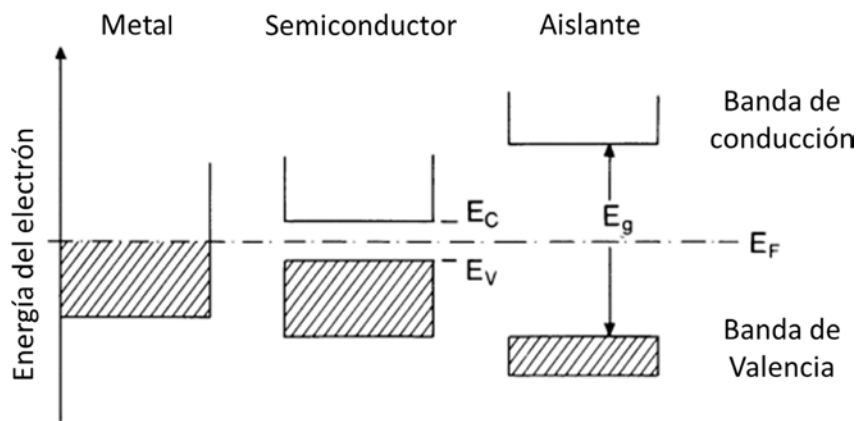


Figura 2.1: Comparación de las bandas de energía de un metal, un semiconductor y un aislante (modificado de [14]).

### 2.1.1. Semiconductores intrínsecos

Este tipo de semiconductor tiene portadores de carga promovidos de la banda de valencia a la banda de conducción solo por excitación térmica. En estos semiconductores la densidad de portadores de carga está dada por la densidad de estados en la banda de conducción  $D_C(E)$ , de valencia  $D_V(E)$  y la función de distribución de Fermi  $f(E, T)$ . Esta última, está dada por la ecuación 2.1, la cual depende de la temperatura como se ilustra en la figura 2.2.

$$f(E, T) = \frac{1}{1 + e^{(E-E_F)/k_B T}} \quad (2.1)$$

Donde  $k_B$  es la constante de Boltzmann,  $T$  es la temperatura y  $E_F$  es el nivel de Fermi.

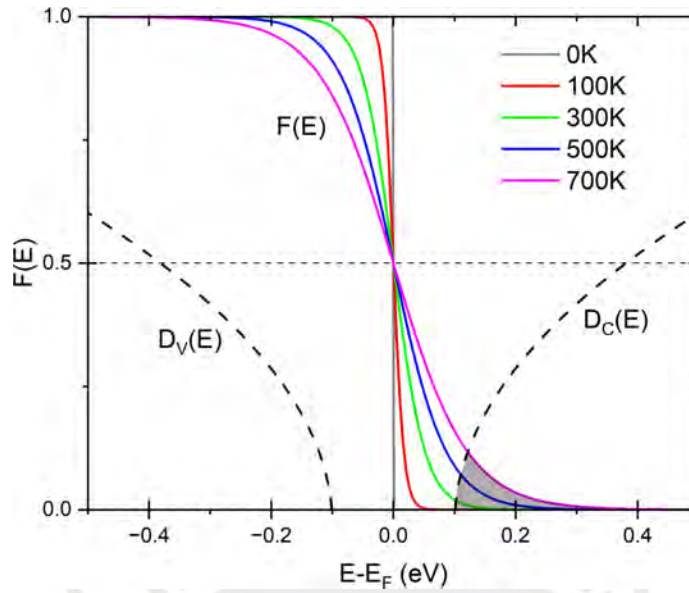


Figura 2.2: Distribución de Fermi para diferentes temperaturas, y la densidad de estados. Conforme aumenta la temperatura, más estados son ocupados por electrones. El área sombreada representa la ocupación en la densidad de estados de conducción, correspondiente a la densidad de portadores de carga.

La densidad de electrones se representa como:

$$n = \int_{E_C}^{\infty} D_C(E) f(E, T) dE \quad (2.2)$$

La ausencia de un electrón en la banda de valencia se define como hueco, la densidad de huecos se puede expresar como:

$$p = \int_{-\infty}^{E_V} D_V(E) [1 - f(E, T)] dE \quad (2.3)$$

La densidad de electrones 2.2 y huecos 2.3 son escritas de forma explícita:

$$n = 2 \frac{e}{h^2} \int_{E_C}^{\infty} e^{-\frac{E_C - E_F}{k_B T}} = N_{eff}^C e^{-\frac{E_C - E_F}{k_B T}} \quad (2.4)$$

$$p = 2 \frac{h}{h^2} \int_{-\infty}^{E_V} e^{\frac{E_V - E_F}{k_B T}} = N_{eff}^V e^{\frac{E_V - E_F}{k_B T}} \quad (2.5)$$

Donde  $m_e^*$  es la masa efectiva del electrón,  $m_h^*$  la masa efectiva del hueco. La masa efectiva hace referencia a la masa aparente de la carga debido al potencial periódico de la red.

Si se multiplica ambas densidades de carga resulta en la ley de acción de masas:

$$np = 4 \frac{k_B T}{2\pi\hbar^2} (m_e^* m_h^*)^{3/2} e^{-E_g/k_B T} \quad (2.6)$$

Previamente, se definió un semiconductor como un material capaz de modificar su nivel de Fermi. Para analizar este comportamiento, se usa el principio de neutralidad de carga ( $n = p = n_i$ ), entonces el nivel de Fermi se expresa:

$$E_F = \frac{E_C + E_V}{2} + \frac{3}{4} k_B T \ln \frac{m_h^*}{m_e^*} \quad (2.7)$$

Si las masas efectivas son iguales entonces el nivel de Fermi permanece en el medio y no depende de la temperatura. En cambio, si las masas efectivas son diferentes entonces el nivel de Fermi cambia con la temperatura. En el caso particular que  $m_h^* > m_e^*$ , entonces el nivel de Fermi se acerca a la banda de conducción.

### 2.1.2. Semiconductores extrínsecos

En este tipo de semiconductor las cargas provienen de estados de no enlazamiento dentro de la banda prohibida, a través de impurezas que aportan electrones o huecos.

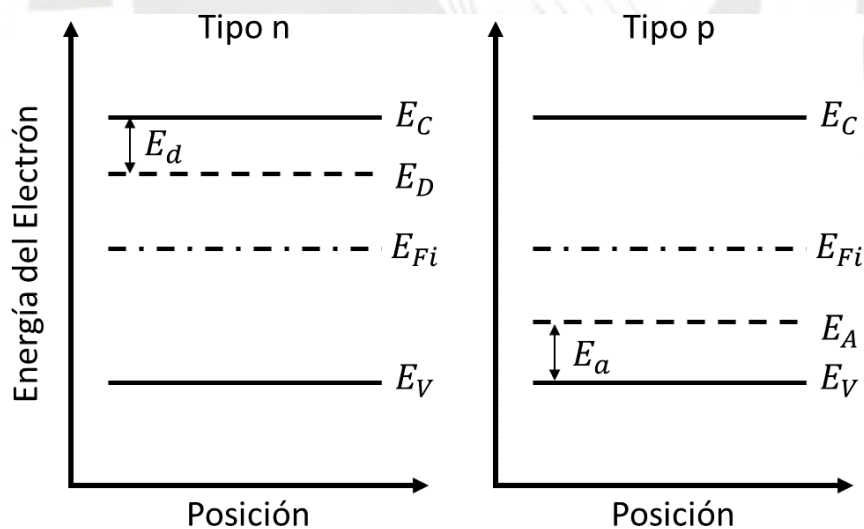


Figura 2.3: Diagrama de los niveles donadores y aceptores dentro de la banda prohibida (Modificado de [14]).

La figura 2.3 muestra que, en un semiconductor tipo  $n$ , existen estados donadores ( $E_D$ ) ubicados cerca del borde de la banda de conducción ( $E_C$ ); al ionizarse estos estados donan electrones a la banda de conducción. Mientras que un semiconductor tipo  $p$  presenta estados aceptores ( $E_A$ )

cercanos al borde de la banda de valencia ( $E_V$ ), que al ionizarse toman un electrones de la banda de valencia, generando huecos.

Tomando como referencia el nivel de Fermi intrínseco (sin impurezas) la densidad de portadores de carga se expresa como:

$$n = n_i e^{(E_F - E_{Fi})/k_B T} \quad (2.8)$$

$$p = n_i e^{(E_{Fi} - E_F)/k_B T} \quad (2.9)$$

El nivel de Fermi del semiconductor se moverá de acuerdo a la densidad de portadores, siguiendo la ley de acción de masas (ecuación 2.6) y el principio de neutralidad de carga. Esta neutralidad de carga considera tanto la densidad de carga intrínseca como la de los defectos donadores ( $N_D$ ) y aceptores ( $N_A$ ) ionizados, suponiendo que todos han sido completamente ionizados:

$$n + N_A^- = p + N_D^+ \quad (2.10)$$

## 2.2. Transporte eléctrico

El transporte eléctrico en un sólido cristalino está determinado por el movimiento de los portadores de carga. Este fenómeno está influenciado por la masa efectiva de los portadores de carga y los mecanismos de dispersión que limitan su movilidad. La comprensión de estos procesos es fundamental para interpretar el comportamiento de materiales semiconductores y conductores.

En esta sección se desarrollan conceptos de transporte eléctrico en un sólido cristalino tomando en cuenta la teoría de bandas de energía. Se revisa el concepto de masa efectiva y mecanismos de dispersión. Se introduce el término tiempo de relajación. Finalmente se aborda la conductividad eléctrica.

### 2.2.1. Masa efectiva

Se describe el electrón como una partícula libre y localizada. Los electrones son descritos por ondas de Bloch, que son ondas moduladas espacialmente y extendidas infinitamente en  $k$ . Podemos definir la velocidad de grupo:

$$v = \nabla_k \omega(k) = \frac{1}{\hbar} \nabla_k E(k) \quad (2.11)$$

Al aplicar un campo eléctrico ( $E$ ), el electrón gana energía ( $\delta E$ ) en un intervalo de tiempo ( $\delta t$ ).

$$\delta E = -eE \cdot v \delta t \quad (2.12)$$

Usando la ecuación 2.11 en 2.12, se llega a la siguiente expresión:

$$\hbar \dot{\mathbf{k}} = -e\mathbf{E} \quad (2.13)$$

Esta ecuación 2.13 muestra que ante la presencia de un campo eléctrico el electrón cambia de estado  $k$ . Derivando respecto del tiempo la ecuación 2.11:

$$v_i = \frac{1}{\hbar} \frac{d}{dt} (\nabla_k E)_i = \frac{1}{\hbar} \sum_j \frac{\partial^2 E}{\partial k_i \partial k_j} \dot{k}_j \quad (2.14)$$

Reemplazando la ecuación 2.13 en 2.14 se obtiene la expresión:

$$v_i = \frac{1}{\hbar^2} \frac{\partial^2 E}{\partial k_i \partial k_j} (-eE) \quad (2.15)$$

Esta ecuación 2.15 es similar a la ecuación clásica de movimiento  $\dot{v} = m^{-1}(-eE)$ . Lo que implica que un electrón, al desplazarse en un sólido, no se mueve como una partícula libre, sino que está afectado por el potencial periódico de la red cristalina. En este contexto, se introduce el concepto de masa efectiva ( $m^*$ ), definida como:

$$\frac{1}{m^*} = \frac{1}{\hbar^2} \frac{\partial^2 E(k)}{\partial k_i \partial k_j} \quad (2.16)$$

La masa efectiva da información de la curvatura de las bandas. En el caso más simple donde la masa efectiva en todas las direcciones es igual, podemos describir la masa efectiva como:

$$m^* = \frac{\hbar^2}{d^2 E / dk^2} \quad (2.17)$$

### 2.2.2. Dispersión de electrones

La función de onda de un electrón en una red cristalina es una onda plana cuya amplitud es modulada por el potencial periódico de la red. Esta solución de la ecuación de Schrödinger se le conoce como electrones de Bloch. Un electrón que se mueve en un sólido cristalino está sometido al potencial periódico de la red. Las ondas de Bloch son soluciones estacionarias de la ecuación de Schrödinger en un potencial periódico y están extendidas en toda la red. Incluso si se considera un paquete de ondas que describen electrones localizados. De acuerdo con Ibach y Lüth [14], Solo hay 2 formas de perturbar las ondas de Bloch:

1. Interrumpir la periodicidad de la red, estos pueden ser defectos en la red que están fijos en tiempo y espacio como vacancias, impurezas y fronteras de grano. También desviaciones de

la periodicidad dependientes del tiempo como la vibración de la red.

2. Colisiones entre electrones, aunque la aproximación de un electrón no considera esta interacción, estas colisiones pueden perturbar los estados de Bloch. Sin embargo, este efecto es usualmente muy pequeño comparado con aquellos que interrumpen la periodicidad.

El modelo de Drude considera que la dispersión es debido a los iones de la red periódica. Sin embargo, actualmente se sabe que los electrones no se dispersan por los iones, ya que la función de onda no está definida en ellos. Aun así, el modelo de Drude sigue siendo útil, ya que acierta al reconocer la existencia de un mecanismo que dispersa las cargas.

### 2.2.3. Tiempo de relajación

La corriente eléctrica en un sólido involucra dos mecanismos con efectos opuestos. Por un lado, la fuerza producto del campo externo, y por otro lado, la dispersión de las cargas por interacciones con vibraciones de la red (fonones) y defectos. La ecuación de Boltzmann relaciona estos mecanismos, mediante esta se puede analizar cómo cambia la distribución de cargas por un campo eléctrico externo y la dispersión de las mismas. No obstante, en el modelo de Drude el tiempo de relajación es el tiempo entre colisiones, y este enfoque funciona porque el tiempo de relajación está asociado a los mecanismos de dispersión que limitan la velocidad de los portadores.

Si se considera un material homogéneo para una distribución inicial, donde  $f_0$  (distribución de Fermi) es independiente la posición ( $r$ ). Fuera del equilibrio, se asume un equilibrio local. Entonces la distribución fuera del equilibrio  $f(r, k, t)$ , depende de la posición  $r$  y el vector de onda  $k$ .

Por la acción de un campo eléctrico  $E$  en un tiempo de  $t - dt$  a  $t$ :

$$r - v(k)dt \quad \text{y} \quad k - (-e)E dt/\hbar \quad (2.18)$$

Si no hubiera dispersión de los electrones, entonces cada electrón con las coordenadas 2.18 en el tiempo  $t - dt$  debería llegar a  $r, k$  en el tiempo  $t$ . Sin embargo, en un proceso real se debe considerar la dispersión de los electrones. Entonces, el cambio de  $f$ , debido a los procesos de dispersión, se representa con el termino  $(\partial f/\partial t)_d$ :

$$f(r, k, t) = f(r - vdt, k + eE dt/\hbar, t - dt) + \int_{t-dt}^t \frac{\partial f}{\partial t}_d dt \quad (2.19)$$

Si se linealiza para  $dt$  se obtiene la ecuación de Boltzmann:

$$\frac{\partial f}{\partial t} + v \cdot \nabla_r f - \frac{e}{\hbar} E \cdot \nabla_k f = \int_{t-dt}^t \frac{\partial f}{\partial t}_d dt \quad (2.20)$$

La ecuación de Boltzmann (2.20) muestra a la izquierda de la igualdad los términos de deriva y del lado derecho el término relacionado a la dispersión.

Para desarrollar el término relacionado con la dispersión se introduce el tiempo de relajación, que es una forma de relacionar el tiempo que se tarda en llegar la distribución inicial a la distribución estacionaria fuera del equilibrio:

$$\frac{\partial f}{\partial t} = -\frac{f(k) - f_0(k)}{\tau(k)} \quad (2.21)$$

El tiempo de relajación puede entenderse de forma más sencilla en el caso que un campo eléctrico externo es retirado súbitamente. El campo produce una distribución estacionaria fuera del equilibrio y, cuando se retira el sistema eventualmente regresa a la distribución inicial.

La ecuación 2.20 también permite obtener una expresión aproximada para una distribución estacionaria ( $\partial f / \partial t = 0$ ) fuera de equilibrio, teniendo en cuenta la presencia de un campo externo. En el caso que  $f$  no depende de la posición ( $\nabla_r f = 0$ ), el estado estacionario se representa como:

$$-\frac{e}{\hbar} E \cdot \nabla_k f = -\frac{f(k) - f_0(k)}{\tau(k)} \quad (2.22)$$

$$f(k) = f_0(k) + \frac{e}{\hbar} \tau(k) E \cdot \nabla_k f_0(k) \quad (2.23)$$

En el caso que el fenómeno dependa linealmente del campo externo, la ecuación 2.23 puede aproximarse como:

$$f(k) \simeq f_0(k) + \frac{e}{\hbar} \tau(k) E \cdot \nabla_k f_0(k) \quad (2.24)$$

#### 2.2.4. Conductividad eléctrica

Del modelo de Drude se obtiene la ley de Ohm  $j = \sigma E$ . De acuerdo con la teoría de transporte desarrollada para obtener la conductividad eléctrica de un material, se parte de la densidad de corriente eléctrica, donde solo electrones en estados ocupados ( $k$ ) participan y se considera también la probabilidad  $f(k)$  de ocupación para estos estados.

$$j = \frac{-e}{8\pi^3} \int_{1^{ra}.Bz.} v(k) f(k) dk \quad (2.25)$$

Si se considera un campo externo en el eje  $x$  en un material isotrópico, entonces la densidad de corriente en la dirección  $z$  e  $y$  desaparece, ya que la integral sobre  $v_x f_0$  de la ecuación 2.25 tiene inversión de simetría alrededor de  $k = 0$ . Entonces, usando la ecuación 2.24, la densidad de

corriente se expresa:

$$j_x = -\frac{e^2}{8\pi^3} E_x \int dk v_x^2(k) \tau(k) \frac{\partial f_0}{\partial E} \quad (2.26)$$

Por lo tanto la conductividad eléctrica:

$$\sigma = \mathbf{j} / \mathbf{E} = j_x = -\frac{e^2}{8\pi^3} \int dk v_x^2(k) \tau(k) \frac{\partial f}{\partial E} \quad (2.27)$$

La región de energía donde la función de Fermi cambia rápidamente tiene un ancho de  $4k_B T$ , también tiene inversión de simetría alrededor de  $E_F$ . Se puede aproximar  $\partial f_0 / \partial E$  como  $-\delta(E - E_F)$ .

Se expresa el diferencial de  $k$  en función de diferencial de energía:

$$dk = df_E dk_{\perp} = df_E \frac{dE}{\nabla_k E} = df_E \frac{dE}{\hbar v(k)} \quad (2.28)$$

Usando el cambio de la ecuación 2.28 y la propiedad de la delta de Dirac en la ecuación 2.27, se puede expresar la resistividad como:

$$\sigma \simeq \frac{e^2}{8\pi^3 \hbar} \int_{E=E_F} v_x^2(k) \tau(k) df_E \quad (2.29)$$

La ecuación 2.29 revela que solo los electrones alrededor de la energía de Fermi contribuyen a la conductividad eléctrica. Para reducir esta ecuación, se puede tener fuera de la integral el valor promedio de  $\langle v_x^2(k) \tau(k) / v(k) \rangle_{E_F}$  sobre la superficie de Fermi, este promedio es  $v(E_F) \tau(E_F) / 3$ . además en la aproximación parabólica  $v(E_F) = \hbar k_F / m^*$ .

El termino restante dentro de la integral es  $df_E$ , esta integral es  $2(4\pi k_F^2)$ , donde  $k_F^3 = 3\pi^2 n$ . Finalmente, la conductividad eléctrica puede escribirse como:

$$\sigma \simeq \frac{ne^2 \tau(E_F)}{m^*} \quad \text{y} \quad \mu \simeq \frac{e\tau(E_F)}{m^*} \quad (2.30)$$

La ecuación 2.30 es equivalente al modelo de Drude, aunque este desarrollo brinda una explicación más detallada sobre la masa efectiva y el tiempo de relajación, el modelo de Drude funciona porque supone que hay un mecanismo de dispersión que le resta energía a los portadores de carga.

El tiempo de relajación  $\tau$  está relacionado con los mecanismos de dispersión ya sea por fonones o defectos. Si estos mecanismos son independientes entre sí, entonces la probabilidad total es la suma de la probabilidad de cada mecanismo. La probabilidad de dispersión es inversamente proporcional al tiempo de relajación.

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_{\text{fonones}}} + \frac{1}{\tau_{\text{defectos}}} \quad (2.31)$$

La dispersión por fonones depende de la vibración de la red y esta a su vez es proporcional a la temperatura. En cambio, la dispersión por defectos solo depende de la posición de estos y es independiente de la temperatura. Esto permite entender porque la movilidad disminuye con la temperatura, esta al incrementarse aumenta las vibraciones de la red aumentando también la probabilidad de dispersión.

### 2.3. Energía de defectos

En los semiconductores extrínsecos se forman estados de no enlazamiento cerca de la banda de conducción o valencia. Estos estados requieren de cierta energía para ionizarse y aportar cargas. Esta energía es dada por la temperatura y cuando logran aportar cargas modifican la conductividad eléctrica, este comportamiento se puede describir mediante la fórmula de Arrhenius.

$$\sigma(T) = \sigma_0 e^{(-E_a/k_B T)} \quad (2.32)$$

La ecuación 2.32 en ocasiones no logra describir el comportamiento, esto indica la presencia de mecanismo de conducción adicionales [1], en estos casos se puede utilizar la fórmula de Arrhenius modificada que permite considerar múltiples procesos.

$$\sigma(T) = \sigma \left[ 1 + \sum_{i=1}^n e^{\frac{-E_{ai}}{k_B T} \frac{1}{T_i} - \frac{1}{T}} \right] \quad (2.33)$$

Donde  $T_i$  representa el peso de cada proceso  $E_{ai}$ , este peso ( $w_i$ ) está representado por:

$$w_i = e^{(-E_{ai}/k_B T_i)} \quad (2.34)$$

### 2.4. Método de Van der Pauw

En el año 1958 Van der Pauw [6,7] propone un método para medir la resistividad de un material sin importar su forma, sin embargo, para aplicar este método se deben cumplir las siguientes condiciones:

1. Los contactos deben estar en los bordes de la muestra.
2. Los contactos deben ser pequeños.
3. El espesor de la muestra debe ser delgado (mucho menor que los lados) y homogéneo.
4. La muestra no presenta agujeros.

En este trabajo se colocan los contactos en las esquinas, como se muestra en la figura 2.4. Donde por 2 puntas se inyecta corriente, mientras que en las 2 puntas restantes se mide el voltaje.

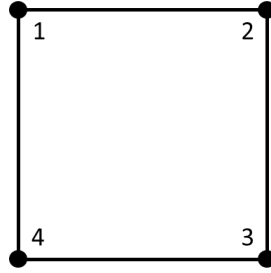


Figura 2.4: Conexión de la configuración de Van der Pauw.

Van der Pauw propone la siguiente fórmula para calcular la resistividad de un material:

$$e^{(-\frac{\pi d}{\rho} R_{12,34})} + e^{(-\frac{\pi d}{\rho} R_{23,41})} = 1 \quad (2.35)$$

Donde:

$d$ : espesor de la muestra.

$\rho$ : resistividad de la muestra.

$R_{12,34}$ : Resistencia (corriente 1-2, voltaje 3-4)

$R_{23,41}$ : Resistencia (corriente 2-3, voltaje 4-1)

La ecuación 2.35 no tiene solución analítica por lo que debe ser resuelta numéricamente, pero antes se hace un cambio de variable.

$$\pi d R_{12,34} = x_1 \rightarrow x_1 = \frac{1}{2}((x_1 + x_2) + (x_1 - x_2)) \quad (2.36)$$

$$\pi d R_{23,41} = x_2 \rightarrow x_2 = \frac{1}{2}((x_1 + x_2) - (x_1 - x_2)) \quad (2.37)$$

Usando las ecuaciones 2.36 y 2.37 en 2.35 se obtiene la expresión:

$$e^{-\left(\frac{x_1+x_2}{2\rho}\right)} \left( e^{-\left(\frac{x_1-x_2}{2\rho}\right)} + e^{\left(\frac{x_1-x_2}{2\rho}\right)} \right) = 1 \quad (2.38)$$

La ecuación 2.38 puede ser escrita en función del coseno hiperbólico:

$$e^{-\left(\frac{x_1+x_2}{2\rho}\right)} \cosh \frac{x_1 - x_2}{2\rho} = \frac{1}{2} \quad (2.39)$$

Se define una función auxiliar llamada factor de forma ( $f$ ) que cumple:

$$\frac{x_1 + x_2}{2\rho} = \frac{\ln 2}{f} \quad (2.40)$$

Aplicando la ecuación 2.40 en 2.39 se obtiene la expresión:

$$e^{-\frac{\ln 2}{f}} \cosh \left( \frac{x_1 - x_2 \ln 2}{x_1 + x_2 f} \right) = \frac{1}{2} \quad (2.41)$$

La ecuación 2.39 puede ser escrita en función de las variables originales:

$$\frac{R_{12,34}/R_{23,41} - 1}{R_{12,34}/R_{23,41} + 1} = \frac{f \operatorname{arccosh} \left( \frac{1}{2} e^{\frac{\ln 2}{f}} \right)}{\ln 2} \quad (2.42)$$

Las resistencias  $R_{12,34}$  y  $R_{23,41}$  pueden ser obtenidas de forma experimental, si  $R_{12,34} > R_{23,41}$  entonces la ecuación 2.42 puede ser resuelta numéricamente. La función  $f$  llamada factor de forma es una relación que indica que tan diferentes son  $R_{12,34}$  y  $R_{23,41}$ , donde si las resistencias son iguales entonces el factor de forma es 1 y se reduce conforme la diferencia entre estas aumenta, como se muestra en la figura 2.5.

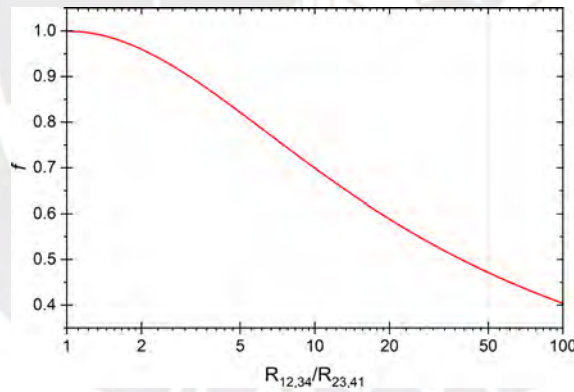


Figura 2.5: Factor de forma vs.  $R_{12,34}/R_{23,41}$ .

Finalmente, de la ecuación 2.40, y haciendo el cambio de variables de las ecuaciones 2.36 y 2.37, la ecuación para obtener la resistividad queda expresada de la siguiente manera:

$$\rho = \frac{\pi d}{\ln 2} \frac{R_{12,34} + R_{23,41}}{2} f \quad (2.43)$$

Otro aspecto que se debe considerar es la corrección en el valor de la resistividad debido a la posición de las puntas. Este aspecto ya ha sido estudiado por Conde [15] y Llontop [16]. Este último

hace un estudio detallado sobre la variación de la resistividad colocando las puntas en distintas zonas, concluyendo que mientras las puntas estén cerca de las esquinas, la diferencia porcentual entre el valor medido y el valor real es menor al 1 %. Por este motivo, en este trabajo no se considera este factor de corrección.

## 2.5. Efecto Hall

El efecto Hall, nombrado en honor a Edwin Herbert Hall quien lo descubrió en 1879. Hall se percató que, al aplicar una corriente a lo largo de una muestra, mientras aplicaba un campo magnético perpendicular al plano de esta, se producía una acumulación de carga neta perpendicular a la corriente aplicada. A este voltaje se le denomina voltaje de Hall (ver Figura 2.6).

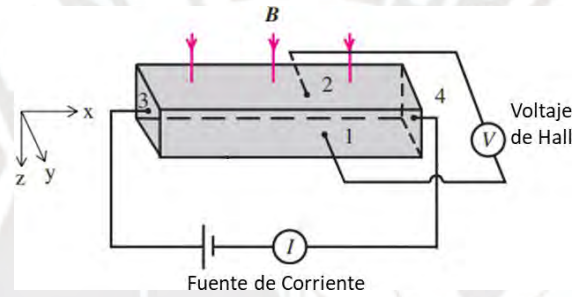


Figura 2.6: Esquema del efecto Hall. (Modificado de [17])

Para encontrar una expresión para el efecto Hall, se revisa lo desarrollado por Yu y Cardona [17], donde usa la aproximación semiclásica para el movimiento de una carga en presencia de un campo eléctrico y un campo magnético (Fuerza de Lorentz):

$$m^* \frac{d^2 r}{dt^2} + \frac{m^*}{\tau} \frac{dr}{dt} = (-e)(E + v \times B) \quad (2.44)$$

Luego del tiempo suficiente en la condición estable la carga deja de acelerar  $d^2 r / dt^2 = 0$  y las cargas se mueven con una velocidad  $v_d$ . Entonces la ecuación 2.44 se reduce a:

$$\frac{m^*}{\tau} v_d = (-e)(E + v_d \times B) \quad (2.45)$$

Al resolver la ecuación 2.45 para cada eje, considerando que el campo magnético  $B$  es perpendicular a la muestra, y multiplicando ambos lados de la ecuación por  $(-e)n$  para expresar las ecuaciones en términos de la densidad de corriente, se obtiene:

$$m^* \frac{v_x}{\tau} = (-e)(E_x + v_y \times B_z) \rightarrow j_x = \frac{ne^2 \tau}{m^*} E_x - \frac{e \tau B_z}{m^*} j_y \quad (2.46)$$

$$m_{\tau}^* \frac{v_y}{\tau} = (-e) (E_y + v_x \times B_z) \rightarrow j_y = \frac{ne^2\tau}{m^*} E_y + \frac{e\tau B_z}{m^*} j_x \quad (2.47)$$

$$m_{\tau}^* \frac{v_z}{\tau} = (-e) E_z \rightarrow j_z = \frac{ne^2\tau}{m^*} E_z \quad (2.48)$$

Para simplificar las ecuaciones 2.46, 2.47 y 2.48 se introducen la resistividad  $\sigma = ne^2\tau/m^*$  y la frecuencia de ciclotrón ( $\omega_c = eB_z/m^*$ ), luego de realizar estos cambios las ecuaciones adoptan la siguiente forma:

$$j_x = \sigma E_x - \omega_c \tau j_y \quad (2.49)$$

$$j_y = \sigma E_y + \omega_c \tau j_y \quad (2.50)$$

$$j_z = \sigma E_z \quad (2.51)$$

En la figura 2.6 se puede observar que hay cargas moviéndose en la dirección del eje X. Debido a la presencia de un campo magnético, las cargas se desvían acumulándose en los extremos del eje Y, generando así un campo eléctrico  $E_y$ . Este campo en la condición estable, cancela el efecto de la fuerza de Lorentz de modo que  $j_y = 0$ . A partir de esta condición se obtiene:

$$j_x = \sigma E_x \quad (2.52)$$

$$E_y = -\frac{\omega_c \tau}{\sigma} j_x \quad (2.53)$$

Con la ecuación 2.53, se puede construir el coeficiente de Hall de la siguiente manera:

$$R_H = \frac{E_y}{j_x B_z} = \frac{1}{(-e)n} \quad (2.54)$$

Experimentalmente el coeficiente de Hall se obtiene mediante:

$$R_H = \frac{dV_y}{I_x B_z} \quad (2.55)$$

De la ecuación 2.54 podemos expresar la movilidad ( $\mu$ ) usando el coeficiente de Hall y la resistividad:

$$\frac{R_H}{\rho} = \mu \quad (2.56)$$

## Capítulo 3

# Metodología experimental

En este capítulo se brindan detalles de la implementación del sistema DC de efecto Hall mostrado en la figura 3.1, las estrategias empleadas para mitigar el ruido de Johnson y diversas consideraciones experimentales, como efectos térmicos que afectan la medida y el impacto de la corriente de desalineamiento. También se abordan aspectos de la automatización del sistema en LabView, incluyendo diferentes rutinas de medición, y la implementación en medidas en un amplio rango de temperaturas. Finalmente, se describe el proceso de la preparación de películas delgadas de AZO para poner a prueba el sistema. Cabe señalar que los resultados de las propiedades eléctricas publicadas recientemente en L. A. Enrique et al. [5] fueron obtenidos por medio de este sistema.



Figura 3.1: Sistema de medición de propiedades eléctricas compuesto de 1) Fuente de corriente, 2) Controlador de temperatura, 3) Picoamperímetro, 4) Nanovoltímetro, 5) Conmtador con tarjeta de efecto Hall, 6) Imán y 7) Plataforma de medida. Adicionalmente el sistema tiene capacidad de conectar bomba de vacío, bomba de agua y bomba de nitrógeno líquido, depende de la temperatura de medida.

### 3.1. Instrumentación

El sistema de medición de propiedades eléctricas integra diversos instrumentos comerciales.

Tabla 3.1: Lista de instrumentos y accesorios

<b>Instrumento</b>	<b>Especificaciones</b>
Fuente de corriente AC/DC Keithley 6221	Corriente DC: 0.1pA - 105mA Voltaje de cumplimiento: 0.1V - 105V Potencia máxima: 11W
Picoamperímetro Keithley 6485	Rangos: 2nA - 20mA Resolución: 10fA - 100nA Tasa de lectura: 100/s
Nanovoltímetro Keithley 2182A	Rangos: 10mV - 100V Resolución: 1nV - 10uV Tasa de lectura: 80/s
Conmutador Keithley 3706A	Tarjeta de efecto Hall 3765.
Controlador de temperatura INSTEK mK2000B	Rango de temperatura: -200 hasta 600°C Precisión: 0.001°C
Enfriador de sobremesa INSTEK C100W	Refrigeración de agua por aire. 0.5L de capacidad.
Bomba de nitrógeno líquido INSTEK LN2-P	Rango de temperatura: -195°C hasta temperatura ambiente.
Bomba de vacío Rocker 300	Vacío máximo: 105mbar Flujo: 23L/min Potencia máxima: 65W
Plataforma de medición de 4 puntas INSTEK HCP621G-PMH	4 puntas de Au-Re Calefactor y sensor de temperatura embebido.
Imán permanente INSTEK M06T	Imán permanente de 0.42T.
NI GPIB-USB	Controlador GPIB. Velocidad de transferencia de datos 1.8MB/s.

Los instrumentos mostrados en la tabla 3.1 son conectados como se muestra en la figura 3.2. La fuente de corriente, el picoamperímetro, y el nanovoltímetro se conectan al conmutador que tiene una tarjeta de efecto Hall 3765, de esta manera el conmutador puede conectar los instrumentos con las puntas de la plataforma sin necesidad de cambiar la posición física de los contactos. El controlador de temperatura se conecta directamente con la computadora.

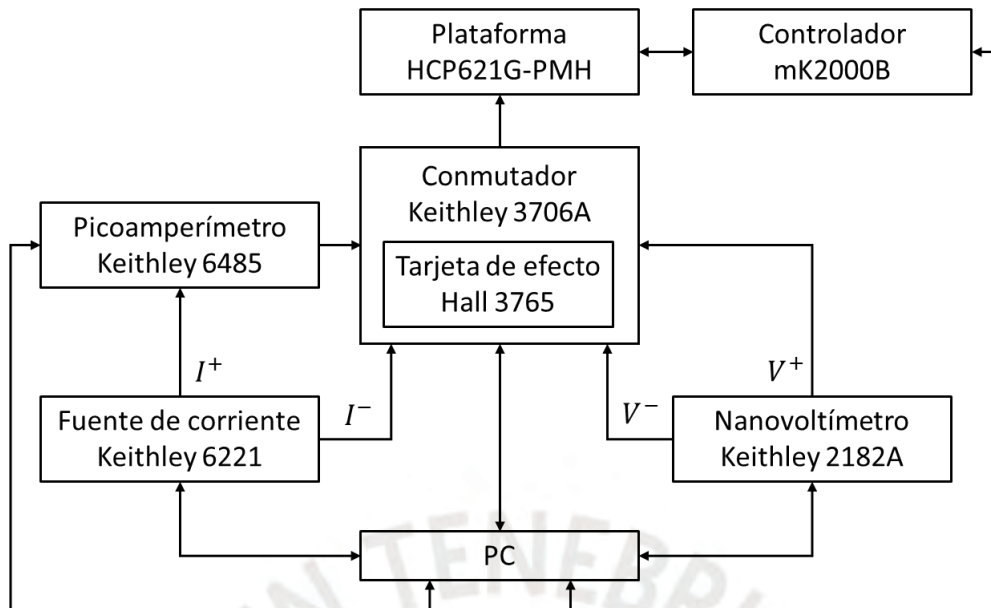


Figura 3.2: Diagrama de bloques de las conexiones de los instrumentos del sistema.

La diferencia entre medir por el método de Van der Pauw y efecto Hall radica en la conexión de las puntas con la fuente de corriente y el nanovoltímetro. Mientras que en el método de Van der Pauw la corriente y el voltaje son paralelos, para efecto Hall la corriente y el voltaje son perpendiculares.

## 3.2. Control del ruido y consideraciones experimentales

En los sistemas de efecto Hall se inyecta una corriente y se mide la respuesta en voltaje. El voltaje medido contiene ruido entre otros efectos [12, 18]. Estos efectos, cuya magnitud puede superar la señal del efecto Hall, deben ser mitigados para asegurar la calidad de los resultados. En esta sección se describen las principales fuentes de ruido y las consideraciones experimentales debido a efectos térmicos y corriente de desalineamiento. Además, se detallan las estrategias para mitigar estos efectos.

### 3.2.1. Ruido de Johnson

El ruido de Johnson o ruido térmico, está asociado a que en una resistencia la energía térmica de los electrones, a una temperatura por encima del cero absoluto, produce un movimiento aleatorio de electrones [18], esto se traduce en un voltaje aleatorio medible cuyo valor máximo está dado por el voltaje de Johnson ( $V_J$ ).

$$V_J = \sqrt{4k_B T f R} \quad (3.1)$$

Donde:

$V_J$ : Voltaje de ruido de Johnson

$k_B$ : Constante de Boltzmann

$T$ : Temperatura

$f$ : Ancho de banda del ruido

$R$ : Resistencia del material

El voltaje de Johnson no depende de la corriente inyectada, como se observa en la ecuación 3.1.

El nanovoltímetro Keithley 2182A es un instrumento de precisión y reduce este tipo de ruido [19]. En la tabla 3.2 podemos ver el valor máximo del ruido considerando diferentes valores de resistencia, evidenciando que el ruido es pequeño.

Tabla 3.2: Resistencia vs ruido del nanovoltímetro Keithley 2182A (modificado de [19]).

Resistencia	Ruido
0 $\Omega$	6 nV
100 $\Omega$	8 nV
1 k $\Omega$	15 nV
10 k $\Omega$	35 nV
100 k $\Omega$	100 nV
1 M $\Omega$	350 nV

El voltaje medido contiene el ruido de Johnson. Al ser un ruido aleatorio cuyo valor máximo depende de la temperatura, adquiere mayor relevancia en mediciones a altas temperaturas. Para mitigarlo se debe medir repetidamente y luego promediar. De esta manera, se obtiene un valor más cercano al valor real.

### 3.2.2. Desplazamiento termoeléctrico ( $V_{TE}$ )

El desplazamiento termoeléctrico es una fuente de error muy común en instrumentación electrónica. Este es un voltaje que se produce cuando diferentes partes del circuito están a diferentes temperaturas, y cuando se conectan diferentes materiales [18]. Este voltaje está gobernado por el coeficiente Seebeck ( $Q_{AB}$ ) del material A respecto del material B y la variación de temperatura, aunque es independiente de la corriente aplicada.

$$V_{TE} = Q_{AB}(\Delta T) \quad (3.2)$$

Este desplazamiento termoeléctrico tiene un gran impacto en medidas dependientes de la temperatura, donde aparece naturalmente un gradiente de temperatura entre la muestra calentada y las puntas que conectan la muestra con los instrumentos.

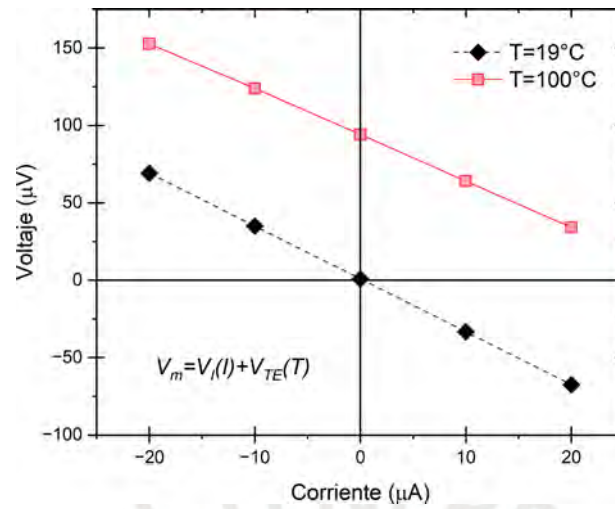


Figura 3.3: Curvas voltaje vs corriente en configuración de efecto Hall, línea negra ( $T=19^{\circ}\text{C}$ ), línea roja ( $T=100^{\circ}\text{C}$ ) se desplaza hacia voltajes positivos.

La figura 3.3 muestra el efecto de medir una muestra con los mismos parámetros, pero a diferentes temperaturas. Mientras que la curva para  $T=19^{\circ}\text{C}$  parece cruzar el cero, para  $T=100^{\circ}\text{C}$  aparece un voltaje de desplazamiento ( $V_{TE}$ ), entonces para mitigar este tipo de ruido se invierte la corriente [20].

Sean las corrientes  $I_1, I_2$  donde  $I_1 = -I_2$ :

$$V_m(I_1) = RI_1 + V_{TE} \quad \text{y} \quad V_m(I_2) = RI_2 + V_{TE}$$

$V_m(I)$ : voltaje medido para una corriente  $I$ .

Entonces el valor de  $R$  se puede calcular:

$$R = \frac{V_m(I_1) - V_m(I_2)}{I_1 - I_2}$$

De esta forma aplicando una corriente positiva y luego una negativa se puede mitigar el ruido termoeléctrico. En general, usar la resistencia en lugar de la señal de voltaje reduce el efecto del desplazamiento termoeléctrico.

### 3.2.3. Corriente por desalineamiento

Esta fuente de error impacta únicamente a las medidas de voltaje para efecto Hall. En el desarrollo de la sección 2.3, al obtener el coeficiente de Hall (ecuación 2.55), se asume que la corriente aplicada y el voltaje medido son perpendiculares. Sin embargo, experimentalmente existe

cierto desalineamiento ( $a$ ) lo que introduce una componente de voltaje independiente del campo magnético. Esta corriente de desalineamiento varía linealmente con la corriente aplicada.

El voltaje medido ( $V_m$ ) considerando el efecto Hall y el desalineamiento  $a$  puede escribirse:

$$V_m = \frac{R_H I B}{d} + \frac{a \rho I}{d}$$

Teniendo en cuenta que  $\mu = R_H / \rho$ , el voltaje se escribe:

$$V_m = \frac{\rho I}{d} (\mu B + a)$$

El valor de  $a$  puede ser cero cuando no hay desalineamiento y ser 1 como máximo [12].

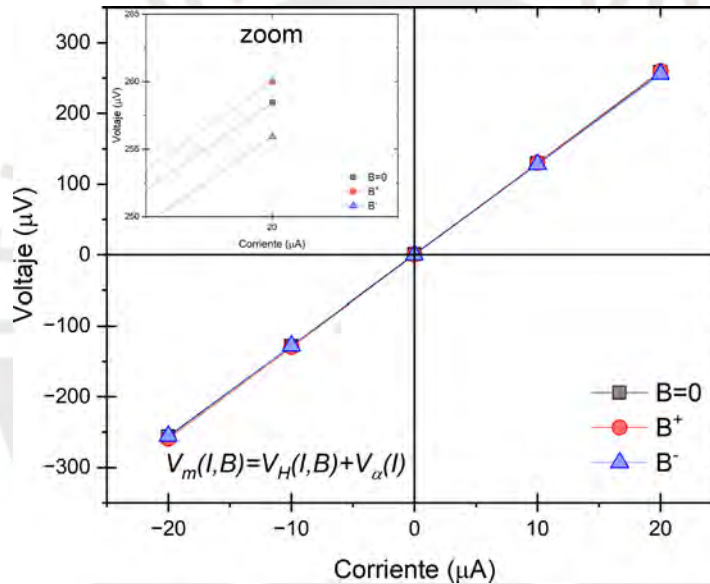


Figura 3.4: Curvas corriente vs voltaje en configuración de efecto Hall. EL cuadro ampliado muestra que incluso en ausencia de campo magnético ( $B=0T$ ) se registra un voltaje comparable al medido para campo positivo o negativo.

Experimentalmente, el efecto debido al desalineamiento se muestra en la figura 3.4, donde para una corriente de  $20\mu A$  el voltaje medido en ausencia de campo magnético es aproximadamente  $257\mu V$  y se atribuye al desalineamiento. Mientras que el voltaje medido al aplicar un campo magnético de  $0.42T$  es aproximadamente  $260\mu V$ , este contiene el voltaje debido al desalineamiento y el voltaje producto del efecto Hall. La diferencia entre ambos,  $3\mu V$ , corresponde únicamente al voltaje producto del efecto Hall. Para mitigar el efecto del desalineamiento, se invierte el campo magnético aplicado; de este modo, la diferencia entre los voltajes medidos para campo magnético

positivo y magnético negativo resulta ser dos veces el voltaje producto del efecto Hall.

### 3.3. Control y automatización

Con los instrumentos mostrados en la tabla 3.1 se implementa el sistema DC de efecto Hall. Para controlar y automatizar el sistema de medición se utiliza el entorno LabView por su interfaz gráfica amigable, además de la facilidad para implementar rutinas y subrutinas activadas por botones. Este programa evita inyectar corriente negativa ya que la sensibilidad en algunos amperímetros está optimizada para corrientes positivas [18]. En lugar de inyectar corriente negativa este programa inyecta corriente positiva con los terminales intercambiados.

Se desarrolla el programa de control de la figura 3.5. Este incluye diferentes pestañas donde se ingresan los parámetros para la medida, además de diversos botones que inician las diferentes rutinas de medida. Finalmente, muestra los valores de resistividad, densidad de portadores, movilidad entre otros. El control de los instrumentos se realiza por GPIB, por lo que se debe ingresar la dirección correspondiente a cada instrumento.

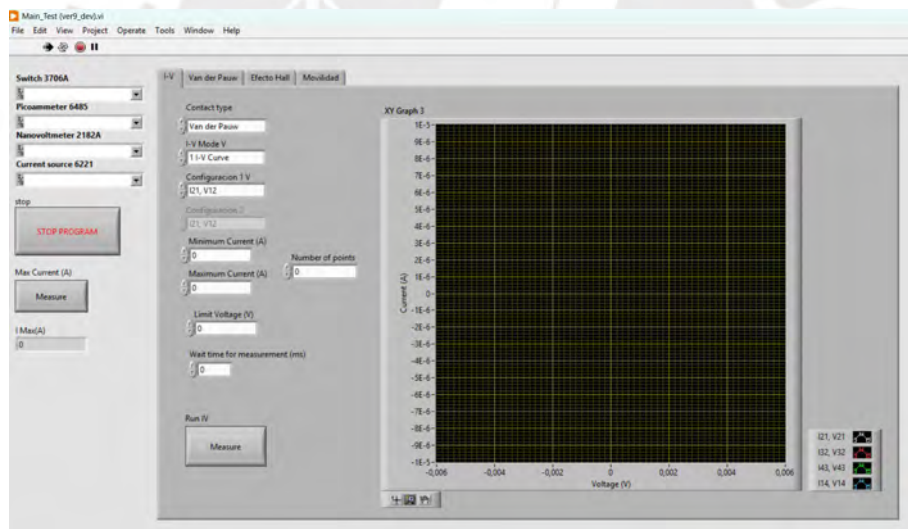


Figura 3.5: Programa de control del sistema implementado, con pestañas para medir curvas I-V, Van der Pauw, efecto Hall y movilidad.

La parte clave en la automatización de este sistema es la configuración del conmutador ya que este conecta las puntas con los instrumentos. Se crea una subrutina base para inyectar corriente y medir voltaje dejando como parámetro de entrada la configuración del conmutador, este se configura ingresando una lista de canales [21].

Todos los botones que activan los diferentes tipos de medida ejecutan algoritmo mostrado en la figura 3.6, pero con diferentes configuraciones del conmutador. Además, luego de inyectar la

corriente, se considera un tiempo de espera antes de medir la corriente y voltaje. Este tiempo está asociado a que la muestra alcance la condición de estabilidad. Un material conductor con alta movilidad responde rápidamente a la corriente inyectada, en estos el tiempo de espera está en el orden de milisegundos (50-400ms), mientras que materiales con muy baja movilidad responden lentamente a la corriente inyectada y pueden requerir varios minutos para estabilizarse [10]. También se realizan mediciones de descarte, es decir, medidas que no se guardan. El propósito de estas es evitar leer datos almacenados en el buffer de mediciones anteriores y permitir que el instrumento alcance el rango de medición adecuado.

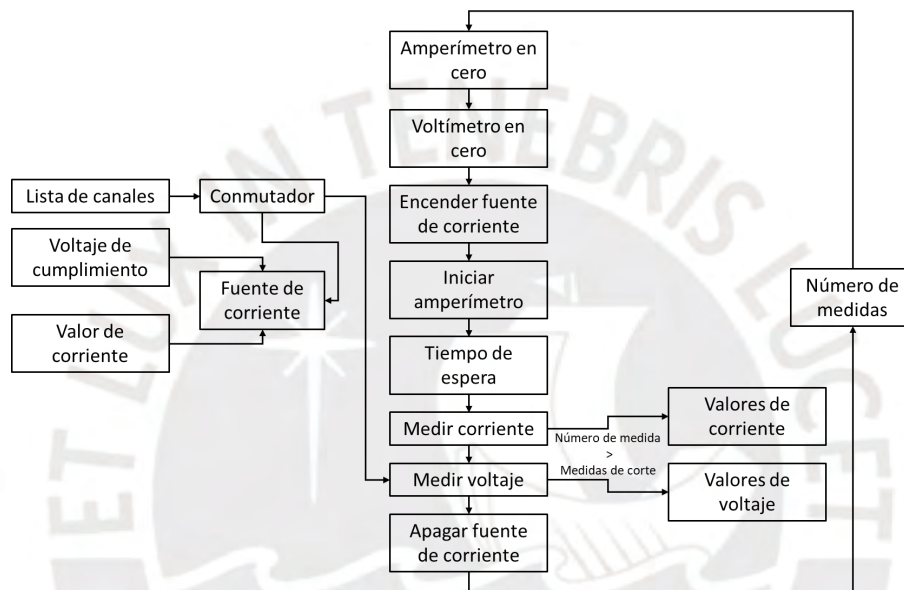


Figura 3.6: Algoritmo de la subrutina base donde el principal parámetro de entrada es la lista de canales del conmutador, luego se configuran los instrumentos para medir corriente y voltaje.

### 3.3.1. Corriente máxima

El sistema implementado sin importar la configuración o tipo de medida inyecta corriente a la muestra. Esto lleva a la pregunta de cuanta corriente es seguro aplicar a una muestra. Esta rutina proporciona un acercamiento rápido de la corriente máxima considerando que la potencia es 0.001W y el voltaje de cumplimiento es 105V. Para determinar la resistencia del material se inyectan corrientes de (-1, -0.5, 0, 0.5 y 1μA) entre los puntos 1-3 (ver tabla 3.3) y se mide el voltaje entre los mismos puntos, la pendiente del ajuste lineal de estos puntos es la resistencia del material. Posteriormente se usa la resistencia obtenida en el cálculo de potencia eléctrica  $P=I^2 \times R$  de este modo se obtiene la corriente máxima para la potencia de 0.001W, este valor es elegido para evitar que la muestra se caliente. Esta secuencia se activa con el botón "Max current (A)" mostrado en la figura 3.5 y el resultado aparece en la casilla I Max (A).

Tabla 3.3: Lista de canales para configurar el conmutador para la rutina corriente máxima.

Configuración	Lista de canales
I31,V31; I $\geq$ 0	5102,5301,5103,5304
I13,V31; I<0	5302,5101,5103,5304

### 3.3.2. Curvas IV

Para medir la resistividad por el método de Van der Pauw así como el efecto Hall, se requiere que los contactos sean óhmicos. Esto significa que se espera una respuesta lineal entre la corriente inyectada y el voltaje medido. Para el caso de muestras con una conductividad alta como los TCO's o metales, típicamente no es necesario depositar contactos eléctricos. No obstante, en el caso de materiales que presenten un óxido nativo aislante, y/o conductividad relativamente baja, es necesario depositar contactos eléctricos para lograr el comportamiento óhmico necesario. Esta rutina permite verificar que los contactos sean óhmicos de manera visual mediante el trazado de curvas corriente-voltaje (I-V). Para esto el programa ofrece una variedad de opciones como se muestra en la tabla 3.4, donde se selecciona que configuración y que contactos probar. De acuerdo con la selección el conmutador se configura de acuerdo a las tablas 3.6 y 3.8.

Tabla 3.4: Lista de opciones para el trazado de curva corriente-voltaje.

Tipo de contacto	Número de curvas IV	Opciones de contactos
Efecto Hall	1	I31,V24 o I42,V31
	2	I31,V24 y I42,V31
Van der Pauw	1	I21,V21; I31,V31; I43,V43; I14,V14
	2	Dos entre los anteriores
	4	Todos los anteriores

Adicionalmente el trazado de curvas I-V para verificar que los contactos sean óhmicos. Requiere de parámetros de entrada, entre estos parámetros se requiere un rango de corriente es decir un valor mínimo y un máximo donde se desea verificar los contactos, adicionalmente se necesita un número de puntos en el rango de corriente establecido. Por otro lado, se necesita configurar el voltaje de cumplimiento de la fuente de corriente y el tiempo de espera antes de medir. Finalmente, con los parámetros de entrada la rutina se ejecuta con el botón "Run IV" y las curvas I-V se grafican automáticamente como se muestra en la figura 3.7.

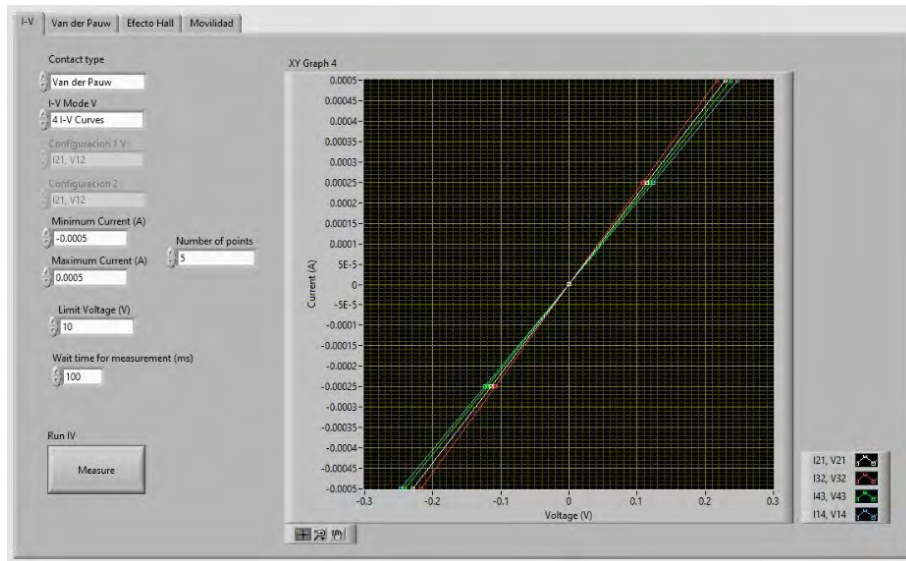


Figura 3.7: Pestaña para medir y graficar curvas I-V, permite seleccionar los puntos en los que se miden estas curvas, ajustar el rango de medida y el número de puntos que se miden.

### 3.3.3. Van der Pauw

Esta rutina tiene como objetivo obtener la resistividad de la muestra de forma experimental usando la ecuación 2.43. Para esto se debe conocer las resistencias  $R_{21,43}$  y  $R_{32,14}$ , que son el producto de inyectar una corriente en un lado de la muestra y medir el voltaje en el lado opuesto. Con el propósito de mejorar la calidad y reproducibilidad de los resultados, tomando en cuenta posibles inhomogeneidades de las muestras, se mide también la configuración espejo  $R_{43,21}$  y  $R_{14,32}$ .

De forma similar que en las rutinas anteriores se requiere de parámetros de entrada, al finalizar se entrega información de la muestra como se muestra en la tabla 3.5.

Tabla 3.5: Parámetros de entrada y valores de salida para la medida de Van der Pauw.

Entradas	Salidas
Espesor de la muestra (cm)	A) $R_{21,43}$ , $R_{32,14}$
Corriente mínima (A)	B) $R_{43,21}$ , $R_{14,32}$
Corriente máxima (A)	Rsh A , Rsh B, Rsh promedio (Ohms)
Número de puntos	Diferencia porcentual de Rsh A y B
Voltaje de cumplimiento (V)	Factor de forma
Tiempo de espera antes de medir (ms)	Resistividad (Ohms.cm)

Para obtener los valores de resistencia requeridos para el cálculo de la resistividad, se debe evaluar la respuesta de voltaje de las diferentes configuraciones mostradas en la tabla 3.6.

Tabla 3.6: Lista de canales para configurar el conmutador para medir Van der Pauw.

Resistencia	Corriente	Voltaje	Canales
$R_{21,43}$	2-1	4-3	5201, 5102, 5303, 5404
	1-2	4-3	5202, 5101, 5303, 5404
$R_{32,14}$	3-2	1-4	5202, 5301, 5403, 5104
	2-3	1-4	5302, 5201, 5403, 5104
$R_{43,21}$	4-3	2-1	5302, 5401, 5103, 5204
	3-4	2-1	5402, 5301, 5103, 5204
$R_{14,32}$	1-4	3-2	5402, 5101, 5203, 5304
	4-1	3-2	5102, 5401, 5203, 5304

Con los valores de voltaje y corriente medidos para cada configuración se puede obtener la resistencia mediante un ajuste lineal usando la función de LabView “Linear Fit VI” [22] por el método de mínimos cuadrados. Con estas resistencias se resuelve la ecuación 2.42, esta se resuelve numéricamente en LabView usando la función “Zero finder” [22] que funciona similar al método de bisección con la ventaja de que converge más rápido. Finalmente, con esta raíz (factor de forma) se puede resolver la ecuación 2.43 para el cálculo de la resistividad, donde se requiere conocer el espesor de la muestra. Sin embargo, la ecuación 2.43 permite definir  $\rho/d$  llamándolo sheet resistance (Rsh) de este modo podemos obtener información de la muestra, aunque el espesor sea desconocido.

Esta rutina se ejecuta presionando el botón “Run VdP”, los puntos medidos se muestran automáticamente, así como el ajuste lineal de cada configuración como se muestra en la figura 3.8. Los resultados se muestran al finalizar la medida.

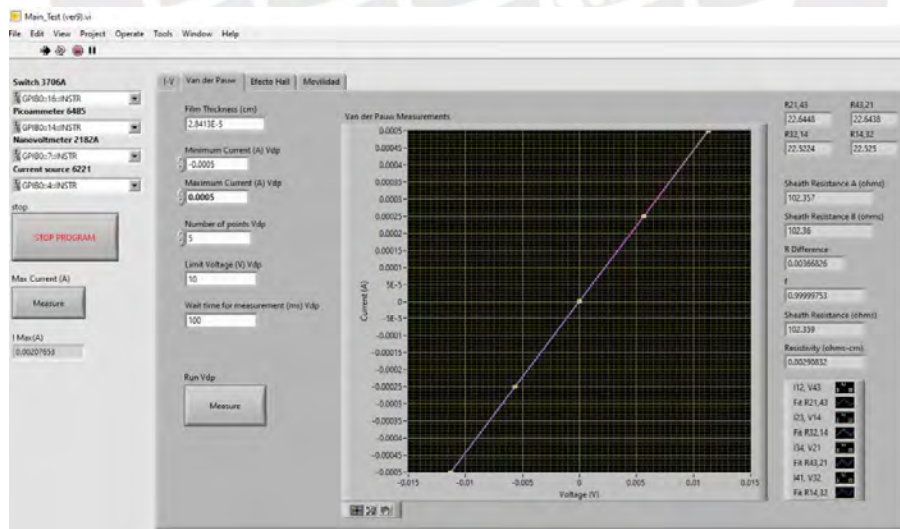


Figura 3.8: Pestaña para medir resistividad por el método de Van der Pauw, para un rango de corriente. Determina la resistividad, factor de forma entre otros parámetros relevantes.

### 3.3.4. Efecto Hall

Esta rutina tiene como objetivo obtener el coeficiente de Hall (ecuación 2.54). Para esto se inyecta una corriente conocida entre esquinas opuestas de la muestra y se mide el voltaje de forma perpendicular a la corriente aplicada. De acuerdo con la ASTM F76-08A [23], se debe medir el coeficiente de Hall obtenido en ambas diagonales,  $R_H C$  se obtiene de  $R_{31,24}$  y  $R_H D$  se obtiene de  $R_{24,31}$ . Donde se espera que la diferencia porcentual entre estos coeficientes de Hall sea menor al 10 %.

Esta rutina requiere de parámetros de entrada para configurar la medida, al finalizar entrega información de la muestra como se muestra en la tabla 3.7.

Tabla 3.7: Parámetros de entrada y salida para la medida efecto Hall.

Entradas	Salidas
Espesor (cm)	C) $R_{31,24} B^+$ , $R_{32,24} B^-$
Corriente mínima (A)	D) $R_{24,31} B^+$ , $R_{24,31} B^-$
Corriente máxima (A)	$R_H C$ , $R_H D$ , $R_H$ promedio ( $cm^3/C$ )
Número de puntos	Diferencia porcentual de $R_H C$ y $R_H D$
Voltaje límite (V)	Densidad de portadores ( $cm^{-3}$ )
Tiempo de espera antes de medir (ms)	Tipo de semiconductor

Para medir efecto Hall, la corriente y el voltaje son perpendiculares lo que se traduce en una configuración diferente del conmutador (ver tabla 3.8).

Tabla 3.8: Lista de canales para configurar el conmutador para medir efecto Hall.

Resistencia	Corriente	Voltaje	Canales
$R_{31,24}$	3-1	2-4	5102, 5301, 5103, 5304
	1-3	2-4	5302, 5101, 5103, 5304
$R_{24,31}$	2-4	3-1	5202, 5401, 5403, 5204
	4-2	3-1	5402, 5201, 5403, 5204

Adicionalmente para mitigar el voltaje debido al desalineamiento se debe medir para campo magnético positivo y negativo. Esto en el programa crea la necesidad de usar dos botones ya que la información obtenida de usar cada campo se debe guardar en lugares diferentes de la memoria. Con los parámetros de entrada se ejecuta la medida para campo magnético positivo usando el botón "Run Hall Effect". Al finalizar el programa mostrara los puntos medidos con su respectivo ajuste lineal, además un botón verde encendido (ver figura 3.9) que indica que se debe invertir el campo magnético. Para ejecutar la medida con campo magnético negativo se usa el botón "Changing the polarity", al finalizar aparecerán todos los puntos medidos con ambas configuraciones de campo magnético como se muestra en la figura 3.10. Además, se mostraran los valores de salida como el coeficiente de Hall, diferencia porcentual del coeficiente de Hall ( $\Delta R_H$ ), densidad de portadores de

carga entre otros valores relevantes.

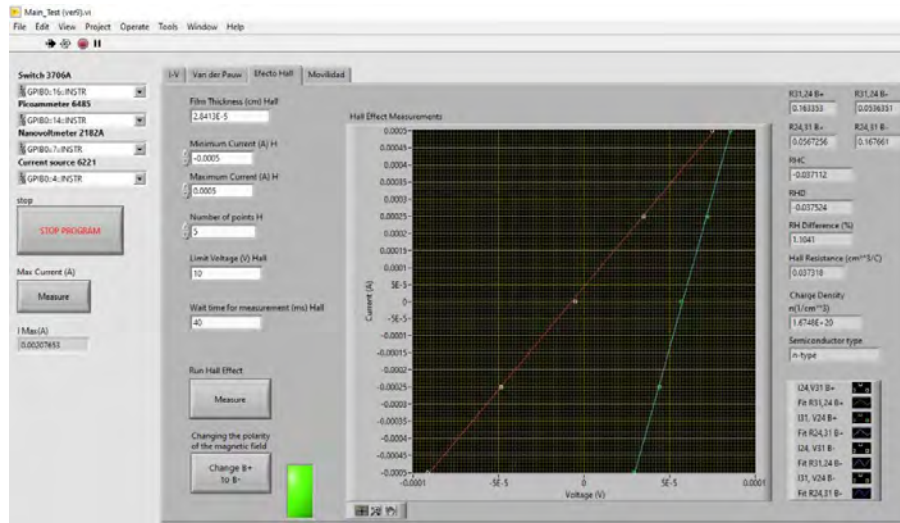


Figura 3.9: Curva I-V de la medida de efecto Hall, muestra las curvas correspondientes de medir  $I_{24}V_{31}$  y  $I_{31}V_{24}$  usando campo magnético positivo.

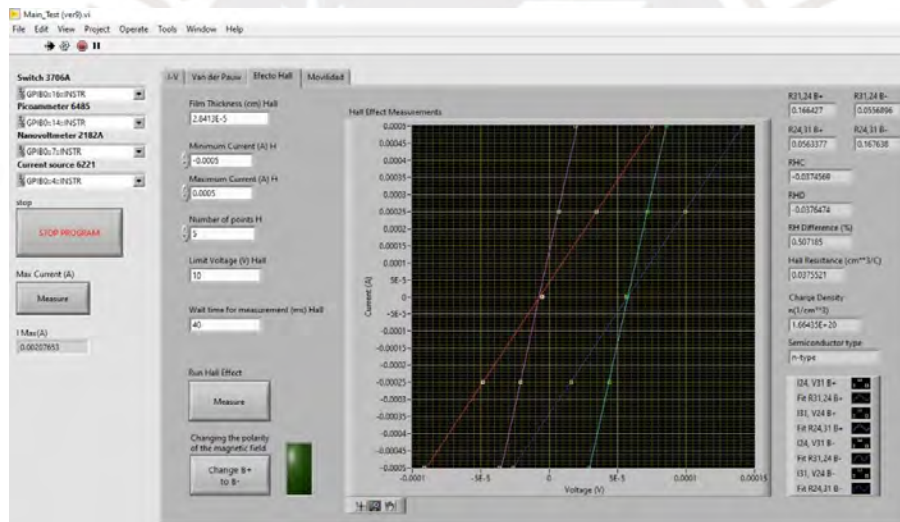


Figura 3.10: Curva I-V de la medida de efecto Hall, muestra las curvas correspondientes de medir  $I_{24}V_{31}$  y  $I_{31}V_{24}$  usando campo magnético positivo y negativo. Determina el coeficiente de Hall, densidad y tipo de portadores de carga entre otros parámetros relevantes.

### 3.3.5. Cálculo de movilidad y guardado de datos

Esta pestaña contiene 2 rutinas activadas por botones (ver figura 3.11). La primera calcula la movilidad con el botón "Run Mobility", para esto realiza el cálculo de la ecuación 2.56 y lo muestra en pantalla. La segunda permite almacenar los valores de corriente y voltaje medidos para cada configuración, ya sea Van der Pauw o efecto Hall, incluyendo las resistencias obtenidas por ajuste lineal y todos los valores calculados dentro del programa de control. Para esto se debe seleccionar

en “Path to save data” un archivo de texto (.txt) donde se almacenarán los datos, luego se activa con el botón “Save Data Button”.

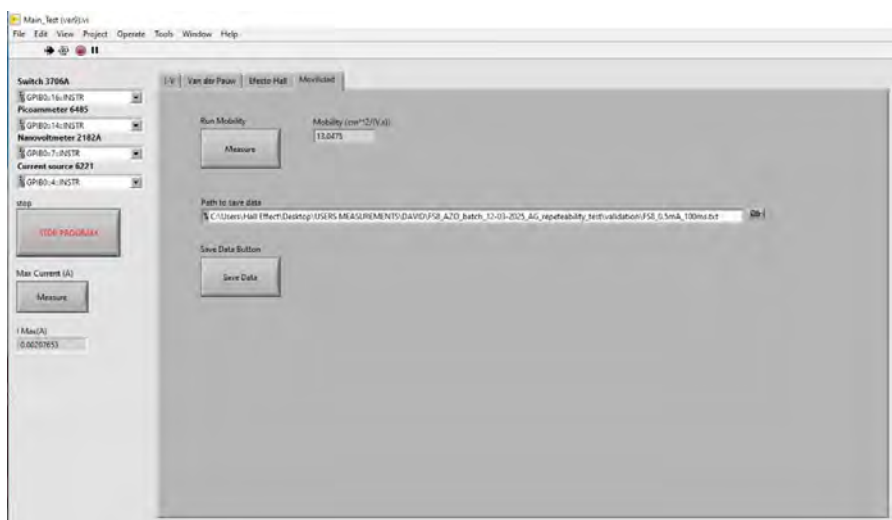


Figura 3.11: Pestaña de control para el cálculo de la movilidad y el guardado de datos.

### 3.4. Implementación de medidas dependientes de la temperatura

Para medir propiedades eléctricas dependientes de la temperatura de la muestra, se requiere tomar en cuenta ciertas consideraciones. Para medir en altas temperaturas la atmósfera debe ser vacío o algún gas inerte [24], mientras que para bajas temperaturas se debe retirar la humedad del interior para evitar la formación de hielo dentro de la cámara de medida.

#### 3.4.1. Implementación para medidas en alta temperatura

Medir en alta temperatura requiere de dos puntos fundamentales. El primero es evitar que la muestra reaccione con el aire durante la medida, y aunque esto depende de cada muestra, la estrategia tomada en este trabajo es usar una bomba de vacío a la par que se ingresa un flujo constante de gas nitrógeno. El segundo punto, es proteger la plataforma y sus partes durante la medida, en particular la goma de sellado que permite hacer vacío. Para esto se hace circular agua durante todo el tiempo que requiera la medida. Para calentar la muestra se usa la plataforma de medida que tiene embebido en su base una resistencia y un sensor de temperatura que se conectan al controlador de temperatura MK2000B, todas las conexiones de la plataforma están representadas en la figura 3.12.

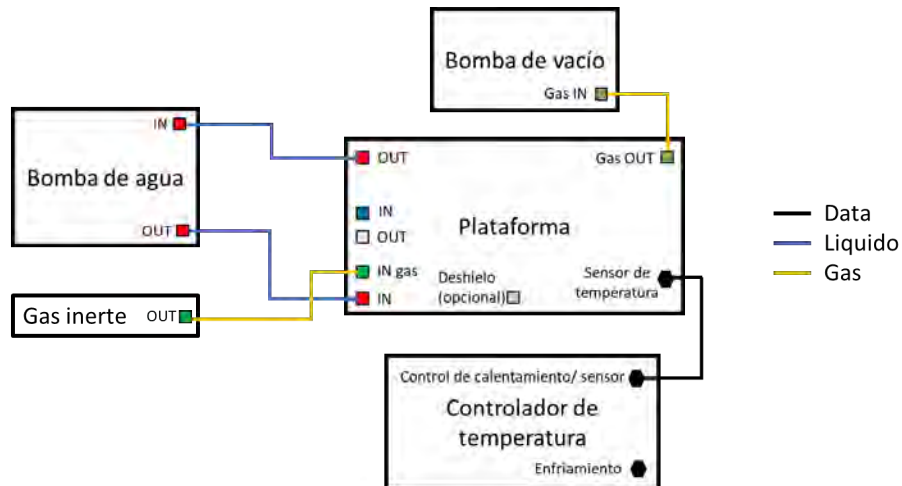


Figura 3.12: Diagrama de conexiones de los accesorios necesarios para medir en alta temperatura.

### 3.4.2. Implementación para medidas a baja temperatura

Medir a bajas temperaturas tiene un inconveniente principal y este es que la humedad dentro de la plataforma puede congelarse y esto puede alterar los resultados al medir propiedades eléctricas. Para remover la humedad del interior se usa una bomba de vacío durante la medida. Sin embargo, como se muestra en la figura 3.13 usar solo vacío no es suficiente para remover la humedad del interior, ya que a temperaturas cercanas a  $-190^{\circ}\text{C}$  se forma hielo. Por este motivo se purga la plataforma antes de empezar la medida. Esto significa calentar la plataforma hasta  $100^{\circ}\text{C}$  manteniendo el vacío para remover la humedad de las paredes, mientras se inyecta gas nitrógeno por 5 min. Luego se retira el gas nitrógeno y se procede con la medida.

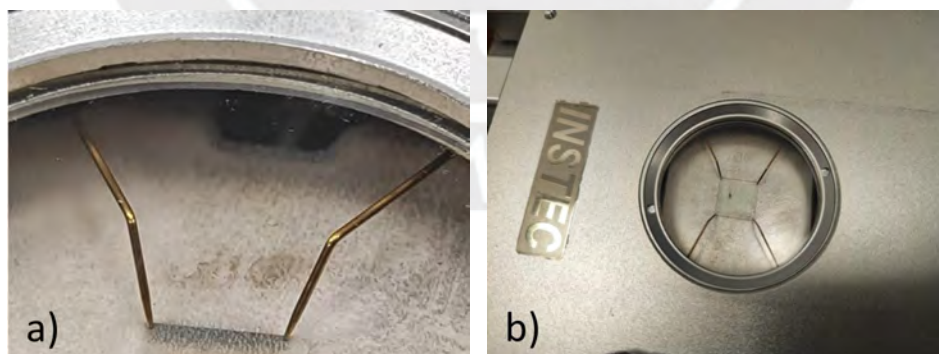


Figura 3.13: Comparación a  $-190^{\circ}\text{C}$  entre medir sin purgar (a) y purgando (b) la plataforma de medida. Purgar reduce considerablemente la formación de hielo.

Para enfriar la plataforma se usa nitrógeno líquido junto con una bomba LN2-P que es controlada por el controlador de temperatura MK2000B. También se circula agua para evitar que la goma de sellado se congele y evitar condensación en la superficie de la plataforma de medida. El

diagrama de conexiones se muestra en la figura 3.14.

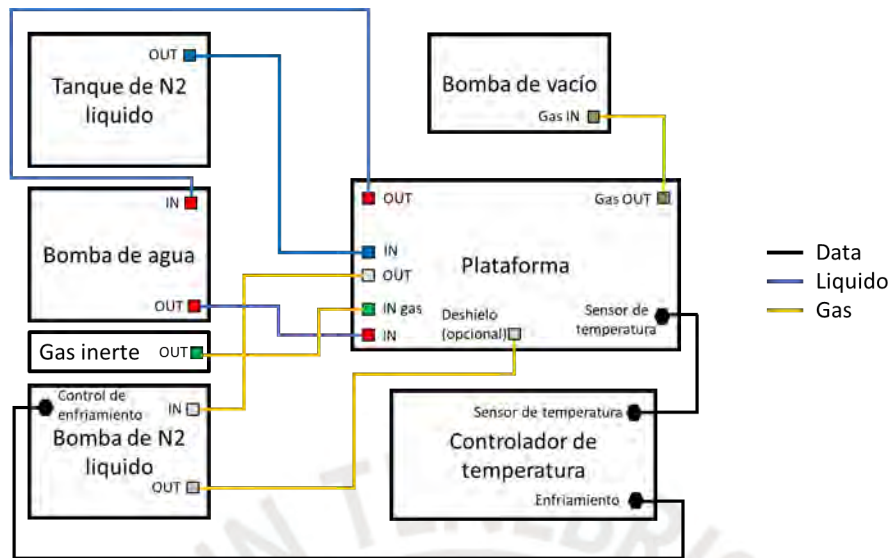


Figura 3.14: Diagrama de conexiones de los accesorios necesarios para medir a baja temperatura.

### 3.5. Preparación de muestras

En el marco de los proyectos de investigación del grupo Mat-ER PUCP se prepararon muestras de óxido de zinc dopado con aluminio (AZO) por la técnica de Magnetron-Sputtering, el sistema utilizado para el recubriendo fue el Sputtering de la sección Física de la PUCP (figura 3.15). Se crecieron 12 muestras sobre silica fundida de 1cm×1cm, que es un material amorfo y aislante. También se crecieron 4 muestras de AZO sobre silicio. Estas fueron usadas para determinar el espesor de la película delgada de AZO por medio de elipsometría espectral de ángulo variable. Los substratos fueron colocados como se muestra en la figura 3.16.

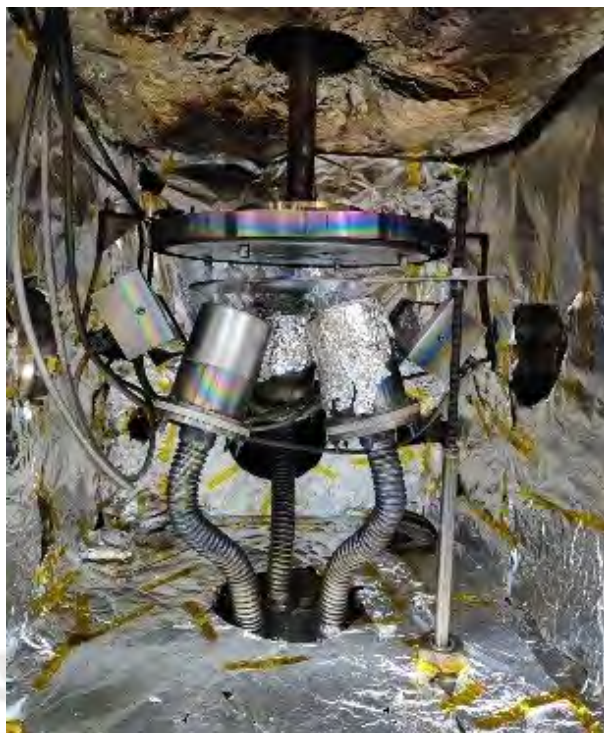


Figura 3.15: Equipo de Sputtering con capacidad de 3 magnetrones y rotación de los sustratos durante la deposición.

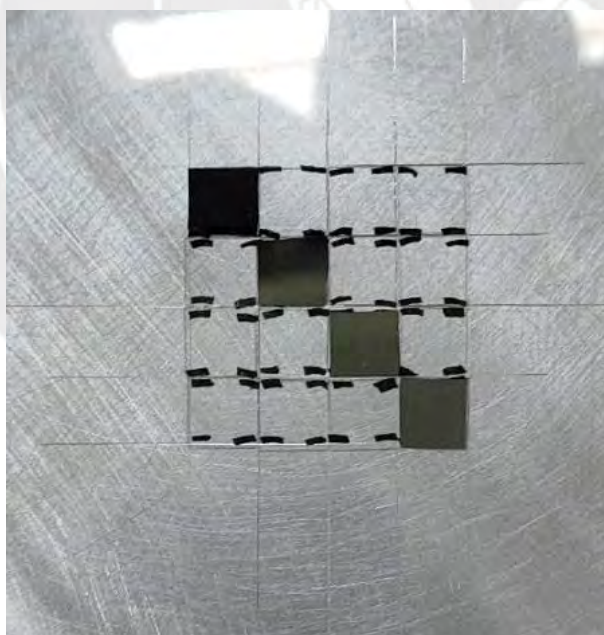


Figura 3.16: Ubicación de los sustratos. Se ubican los sustratos de silicio en la diagonal para verificar la uniformidad de la deposición posteriormente.

Para crecer las películas delgadas de AZO se usaron las siguientes condiciones:

- Blanco: AZO 2 %

- Potencia: 80W
- Distancia blanco-plato: 6.5cm
- Presión base:  $2 \times 10^{-6}$ mbar
- Presión de trabajo:  $1 \times 10^{-2}$ mbar
- Gas: Argón 30 sccm
- Tiempo de deposición: 1 hora
- Observaciones: rotación, sin enfriamiento activo

La rotación permite tener muestras más homogéneas, mientras que no usar enfriamiento activo en el sustrato evita introducir amorfidad adicional a las muestras.

Para analizar la composición elemental de las películas delgadas de AZO, se analizó por espectroscopia de dispersión de energía de rayos X (EDX) utilizando un microscopio electrónico de barrido (SEM) FEI Quanta 650. El análisis se realizó usando el programa EDAX's TEAM EDS que incluyendo la corrección ZAF, obteniendo los resultados mostrados en la tabla 3.9.

Tabla 3.9: Resultado del análisis de composición elemental por EDX.

Elemento	% en peso	% atómico
Oxígeno	17.48	45.88
Zinc	81.28	52.2
Aluminio	1.24	1.92

Las películas delgadas de AZO crecidas sobre silicio se analizaron usando un elipsómetro espectral de ángulo variable. El elipsómetro usado fue un SenResearch 4.0, las curvas de Psi ( $\Psi$ ) y Delta ( $\Delta$ ) fueron ajustadas en SpectraRay de SENTECH [5] para obtener el espesor de las muestras. El modelo óptico utilizado consiste en el sustrato de silicio caracterizado previamente, una capa de AZO modelada usando osciladores de Tauc-Lorentz y una capa de rugosidad usando la aproximación de medio efectivo de Bruggeman (EMA) como se muestra en la figura 3.17.



Figura 3.17: Modelo óptico, se usó silicio como sustrato, una capa de AZO modelada con osciladores de Tauc Lorentz y una capa de rugosidad (EMA) entre el AZO y el aire.

Los resultados obtenidos se ajustan usando el programa SpectraRay (ver figura 3.18) donde los círculos representan los datos experimentales obtenidos para los diferentes ángulos de incidencia, y las líneas continuas representan los ajustes respectivos a cada ángulo. Para obtener el espesor de las muestras solo se hace el ajuste de 200 - 1100nm.

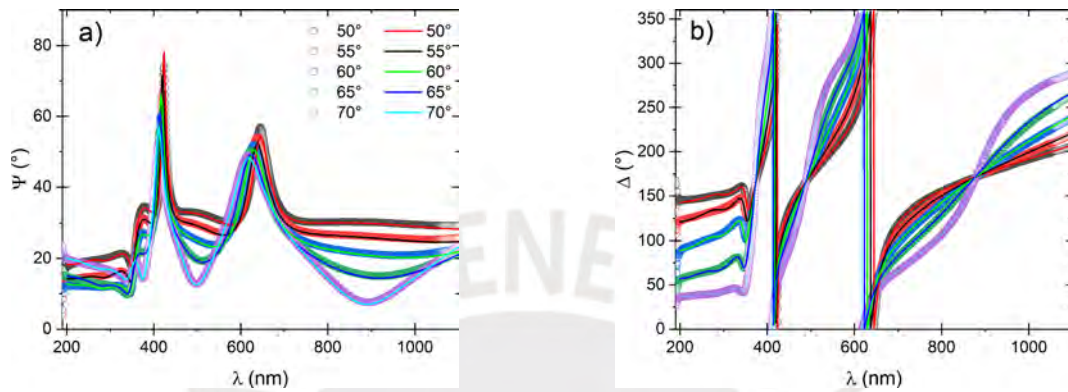


Figura 3.18: Medidas de  $\Psi$  (a),  $\Delta$  (b) vs longitud de onda obtenidas por elipsometría, para películas delgadas de AZO con diferentes ángulos de incidencia, el ajuste permite determinar el espesor del AZO.

Luego del ajuste se obtienen los espesores para las muestras crecidas sobre silicio mostrados en la tabla 3.10, para el estudio posterior de propiedades eléctricas se considera el valor promedio del espesor 284.13nm.

Tabla 3.10: Espesor de AZO crecido sobre silicio obtenido por elipsometría.

Muestra	Espesor (nm)	Rugosidad (nm)	Total (nm)
1	273.94	12.43	286.37
2	267.81	11.46	279.27
3	270.12	11.58	281.7
4	276.41	12.77	289.18

Como procedimiento previo al análisis las muestras fueron sometidas a tratamiento térmico, por las condiciones se consideran 2 principales:

1. Choque térmico (CT) : este tratamiento térmico se realiza en el horno tubular de la sección física de la PUCP (ver figura 3.19) ya que este horno no permite el uso de rampas de calentamiento. La muestra ingresa en el tubo de cuarzo y se activa el vacío hasta alcanzar una presión base de  $4 \times 10^{-5}$ mbar, luego se inyecta un flujo de gas argón u otro gas inerte hasta alcanzar una presión de trabajo de  $2 \times 10^{-1}$ mbar. Cuando se llega a esa condición el tubo de cuarzo se ingresa al horno que ya ha alcanzado la temperatura deseada, por esto el nombre

de choque térmico debido al incremento drástico de temperatura.



Figura 3.19: Horno tubular. Consiste en un tubo de cuarzo con capacidad de vacío hasta  $4 \times 10^{-5}$  mbar, además permite inyectar un flujo gas contante a baja presión durante el tratamiento térmico.

2. Rampa térmica (RT): este tratamiento se realiza en la propia plataforma de medida (ver figura 3.20) ya que el controlador de temperatura MK2000B permite el incremento gradual de la temperatura. La muestra ingresa a la plataforma y se cierra, luego se enciende la bomba de vacío que llega hasta 105mbar según ficha técnica y se espera 5 minutos antes de inyectar un flujo constante de un gas inerte. Se programa la rampa de calentamiento y la temperatura final. La muestra se calienta gradualmente de acuerdo a la rampa programada.



Figura 3.20: Plataforma de medida, con capacidad de vacío y calentar la muestra.

## Capítulo 4

# Resultados y discusión

En el marco de este trabajo y las actividades de investigación se estudiaron distintos materiales. Para efectos de esta tesis, el análisis se enfocó en AZO. En este capítulo se muestran los resultados obtenidos, en primer lugar se prueba la estabilidad del sistema automatizado, luego las medidas de propiedades eléctricas en diferentes rangos de temperatura y al final se presentan resultados de medir carburo de silicio nitrogenado (SiC:N).

### 4.1. Estabilidad y repetibilidad del sistema

Luego de implementar y automatizar el sistema, considerando las estrategias para disminuir el ruido, y mitigar los efectos termoeléctricos y de la corriente de desalineamiento, en esta sección se evalúan la estabilidad y repetibilidad del sistema a temperatura ambiente. También se analiza la variación del coeficiente de Hall ( $\Delta R_H$ ) en función de la temperatura, se examina la señal de voltaje para temperaturas superiores a la temperatura ambiente.

#### 4.1.1. Estabilidad a temperatura ambiente

Para evaluar la estabilidad del sistema implementado se midió una película delgada de AZO sin tratamiento térmico. Se hicieron 3 medidas diarias a lo largo de 5 días aplicando una corriente de 0.5mA. Para obtener la resistividad se usó un tiempo de estabilización de 100ms, mientras que para la medida de efecto Hall el tiempo de estabilización fue de 200ms. La diferencia en los tiempos de estabilización radica en que, en el método de Van der Pauw, la corriente y el voltaje se miden en la misma dirección, lo que permite una estabilización más rápida del sistema. En cambio, en el efecto Hall, la corriente y el voltaje son perpendiculares, y el voltaje producto del efecto Hall es considerablemente menor. Además, este voltaje contiene efectos térmicos y de desalineamiento, por

lo que requiere un mayor tiempo de estabilización para obtener medidas precisas y reproducibles. Se verificó que todos los contactos son óhmicos.

Los resultados de la figura 4.1 muestran que la variación entre las medidas tomadas en un mismo día e incluso a lo largo de 5 días, es insignificante. Aquellas medidas que parecen alejarse del promedio se debe a que cada día las puntas se vuelven a conectar y esto genera pequeñas variaciones en la posición de los contactos respecto a otras medidas, no obstante el error está alrededor del 1% por lo que podemos concluir que las medidas son repetibles durante este intervalo de tiempo.

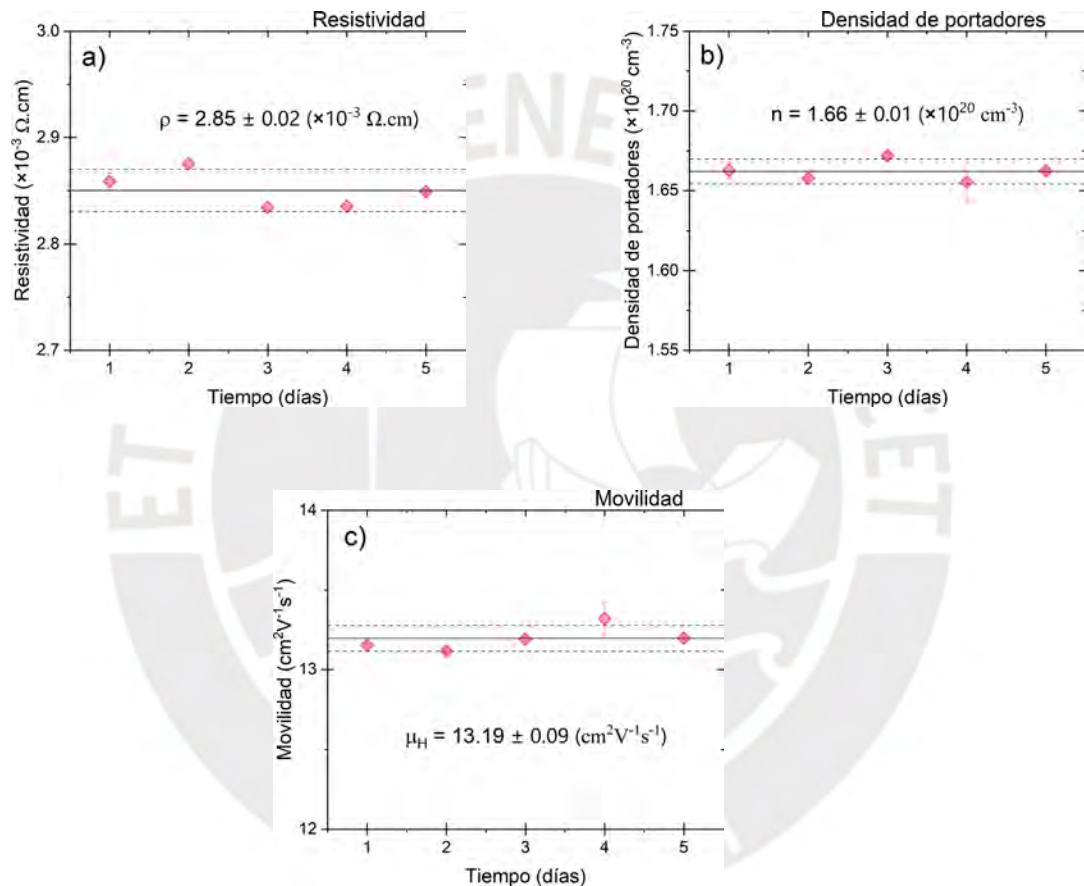


Figura 4.1: Propiedades de transporte eléctrico medidas a lo largo de 5 días con los mismos parámetros, resistividad (a), densidad de portadores (b) y movilidad (c). Se muestra el valor promedio y el error para cada medida.

#### 4.1.2. Variación de $\Delta R_H$ con la temperatura

Para asegurar la calidad de la medición en un amplio rango de temperaturas, se usó la diferencia porcentual entre los coeficientes de Hall ( $\Delta R_H$ ), como se revisó en 3.2.3 las medidas de efecto Hall son muy sensibles al efecto de la corriente de desalineamiento.

La figura 4.2 muestra que el  $\Delta R_H$  aumenta conforme la temperatura se aleja de la temperatura ambiente (293K) alcanzando valores cercanos al 100 %. Las mediciones a altas o bajas temperatura requieren el uso de bombas, las cuales pueden generar vibraciones que afectan a la señal medida. En el caso de la medición a baja temperatura, estas vibraciones pueden estar acompañadas por procesos de contracción térmica o la formación de hielo. Por otro lado, en la medición a alta temperatura, las vibraciones pueden estar acompañadas por procesos de dilatación térmica. De acuerdo con la ASTM F76-08A [23] esta diferencia debe ser menor al 10 %, en caso contrario se determina que la muestra no es lo suficientemente homogénea para aplicar este método.

Sin embargo, incluso si el  $\Delta R_H$  es grande el valor promedio aún puede ser correcto [10]. Para demostrar esto se debe realizar un barrido en el campo magnético, dado que en el sistema implementado se utiliza un imán permanente no es posible hacer este barrido de campo magnético.

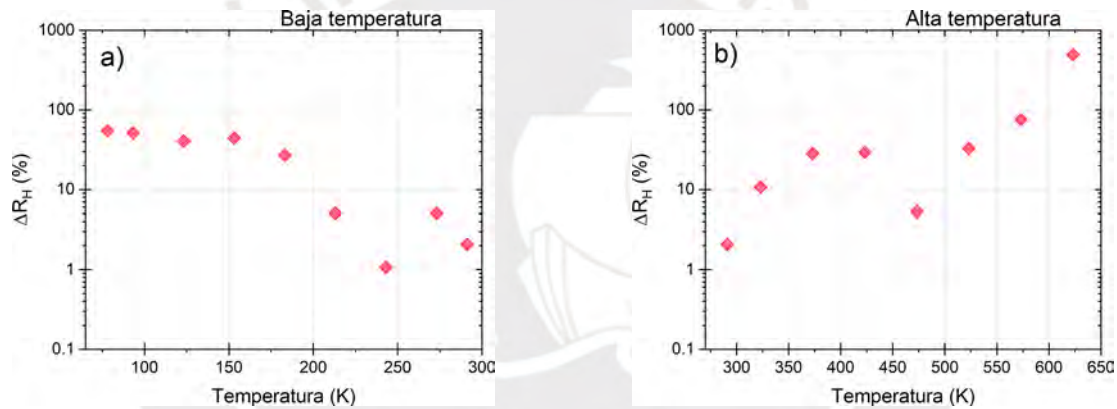


Figura 4.2: Variación del coeficiente del Hall ( $\Delta R_H$ ) vs temperatura para bajas temperaturas (a) y altas temperaturas (b) en una muestra de AZO. El  $\Delta R_H$  aumenta conforme se aleja de la temperatura ambiente.

#### 4.1.3. Estabilidad del voltaje dependiente de la temperatura

Para entender el comportamiento de  $\Delta R_H$  con la temperatura se analiza cómo cambia el voltaje en el tiempo para una corriente dada.

Como se observa en la figura 4.3 el voltaje medido para  $T=19^\circ\text{C}$  (línea azul) es continuo y permanece estable a lo largo del tiempo, mientras que el voltaje para  $T=100^\circ\text{C}$  (línea roja) presenta picos que sugieren que las puntas se desconectan por instantes, esto podría ser debido a procesos de dilatación térmica o vibración de las bombas durante la medida.

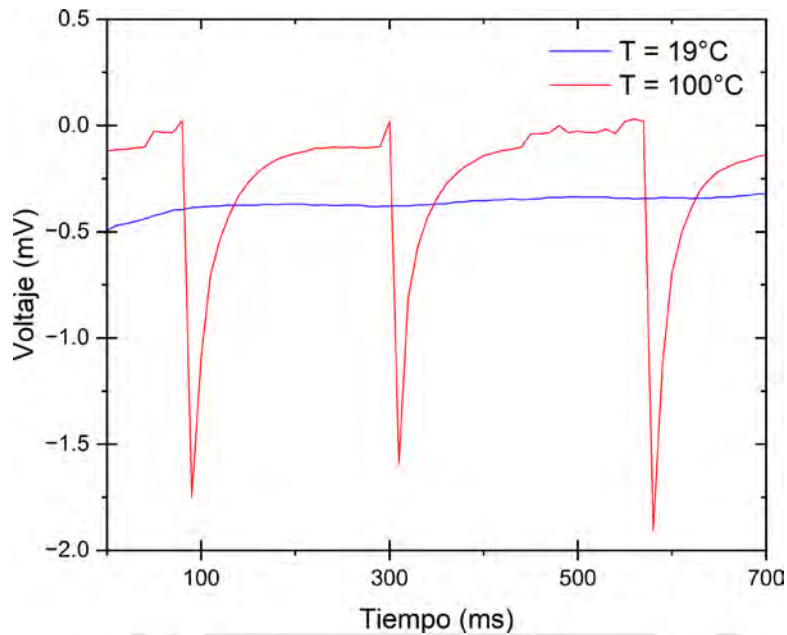


Figura 4.3: Voltaje vs tiempo, la línea azul ( $T=19^{\circ}\text{C}$ ) es estable en el tiempo, mientras que la línea roja ( $T=100^{\circ}\text{C}$ ) parece desconectarse.

Para reducir la posibilidad de que las puntas se desconecten, se aumenta la presión de estas sobre la muestra (ver figura 4.4), de este modo se mejora el contacto eléctrico con la muestra [11].

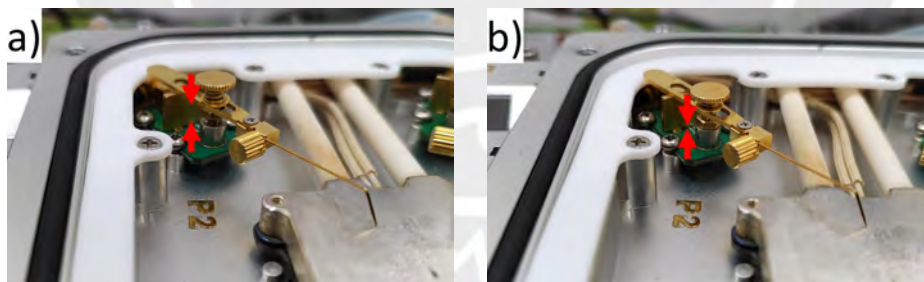


Figura 4.4: Ajuste de la presión mediante el tornillo regulador. Se muestra puntas sueltas (a) y puntas ajustadas (b).

Luego de ajustar las puntas, se verifica la influencia de las bombas utilizadas (bomba de agua y de vacío) durante la medida de efecto Hall para altas temperaturas. Para evitar cualquier tipo de vibración externa no se toca ningún elemento del sistema durante la medida.

En la figura 4.5 se observa el voltaje medido a lo largo del tiempo en la configuración de efecto Hall considerando tanto campo positivo como negativo, cuando la temperatura de la muestra es de  $100^{\circ}\text{C}$ . El voltaje medido es estable en el tiempo, incluso cuando las bombas de vacío y agua

operan a la vez. Incrementar la presión de las puntas sobre la muestra evita la desconexión de las mismas durante la medición.

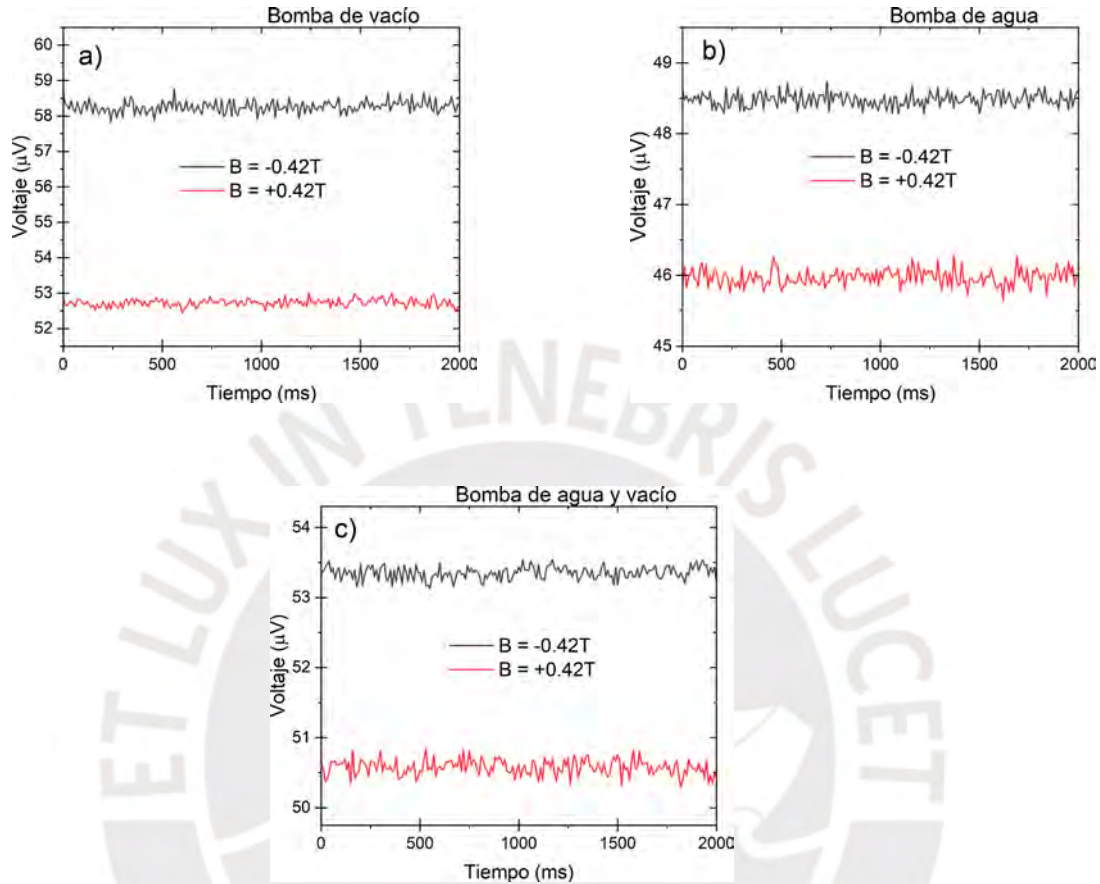


Figura 4.5: Voltaje vs tiempo considerando el impacto de solo de la bomba de vacío (a), solo bomba de agua (b), y bombas de vacío y agua operando a la vez (c) en una medida de efecto Hall a una temperatura de  $100^\circ\text{C}$ .

## 4.2. Propiedades eléctricas dependientes de la temperatura

Se analizaron películas delgadas de AZO depositadas sobre silica fundida con diferentes tratamientos térmicos para estudiar la variación de sus propiedades de transporte eléctrico con la temperatura.

Todas las medidas se tomaron con los parámetros mostrados en la tabla 4.1. Adicionalmente se verifico que todos los contactos son óhmicos.

Tabla 4.1: Parámetros de medida.

Parámetro	Van der Pauw	Efecto Hall
Espesor	284.13nm	284.13nm
Corriente mínima	-0.5mA	-0.5mA
Corriente máxima	0.5mA	0.5mA
Número de puntos	5	5
Voltaje limite	10V	10V
Tiempo de espera	100ms	200ms

#### 4.2.1. AZO calentado en argón a 500°C por 2 horas

Esta muestra se trató por choque térmico en atmósfera de argón a 500°C por 2 horas. Para medir esta muestra en el sistema implementado se encendió la bomba de vacío y se calentó la plataforma hasta 423K para evaporar la humedad, posteriormente se inyectó un flujo constante de gas nitrógeno para purgar la humedad de la plataforma. Luego se cerró el flujo de gas y se mantuvo la plataforma en vacío durante toda la medida.

Las medidas empiezan a una temperatura de 423K tomando 3 lecturas luego se enfría la plataforma a una razón de 10K/min hasta el siguiente punto de temperatura, repitiendo este proceso hasta llegar a 83K.

La figura 4.6 muestra que la resistividad disminuye conforme aumenta la temperatura lo que indica que la muestra se comporta como un semiconductor. Para un mayor análisis la figura 4.8 muestra que para temperaturas superiores a los 120K la densidad de portadores de carga aumenta con la temperatura, esto puede estar asociado a defectos donadores activados por temperatura. Por debajo de los 120K la densidad de portadores de carga aumenta conforme disminuye la temperatura, este comportamiento se puede explicar usando un modelo de 2 capas [25, 26]. Mientras que los portadores del volumen de AZO se congelan a bajas temperaturas, la conductividad superficial se mantiene elevada debido a la alta reactividad de la superficie [27]. En estas condiciones, el efecto de la superficie domina sobre el volumen, lo que se traduce en el aumento de la densidad de portadores a bajas temperaturas. Sin embargo, el  $\Delta R_H$  es menor a 10 % lo que asegura la consistencia de los resultados obtenidos. La figura 4.9 muestra que la movilidad aumenta con la temperatura, lo que indica que el principal mecanismo de dispersión no está relacionado a la dispersión por fonones, ya que, al incrementar la temperatura, aumenta el grado de ocupación vibracional, y por ende la probabilidad de dispersión. En cambio, el comportamiento observado sugiere que la movilidad está gobernada por impurezas localizadas. A bajas temperaturas, y con menor densidad de portadores, estos centros tienen un efecto más pronunciado sobre los portadores. No obstante, conforme la

temperatura aumenta, también lo hacen la densidad de portadores, lo que disminuye la influencia de estas impurezas, y con ello aumenta la movilidad.

Finalmente, la figura 4.7 muestra que el coeficiente de Hall es negativo lo que indica que el tipo de portador de la muestra son electrones, además que  $\Delta R_H$  es menor al 10% en todos los puntos medidos lo que cumple con la ASTM F76-08A [23].

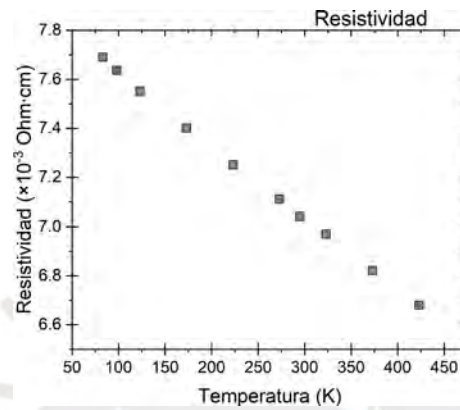


Figura 4.6: Resistividad vs temperatura de AZO tratado por choque térmico en Ar a 500°C por 2 horas. La resistividad disminuye con la temperatura lo que revela comportamiento semiconductor.

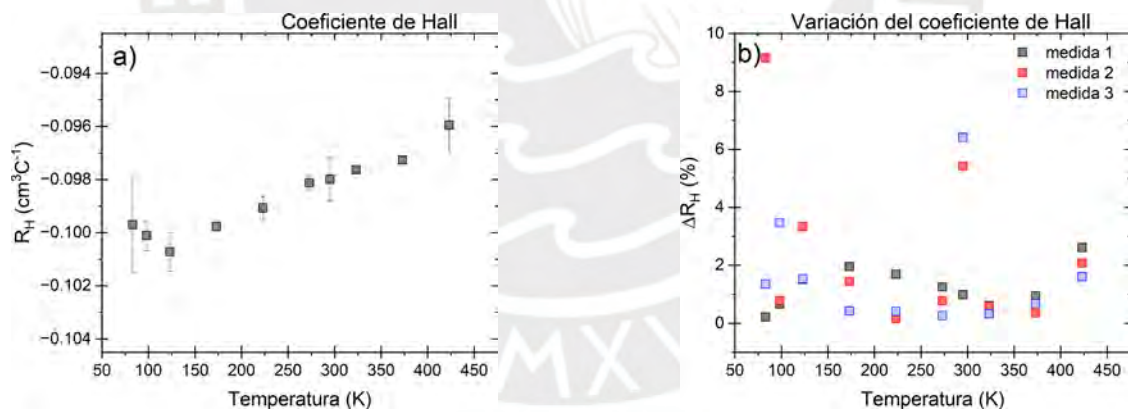


Figura 4.7: Coeficiente de Hall (a) y variación del coeficiente de Hall (b) vs temperatura de AZO tratado por choque térmico en Ar a 500°C por 2 horas. Cada punto de temperatura se mide 3 veces.

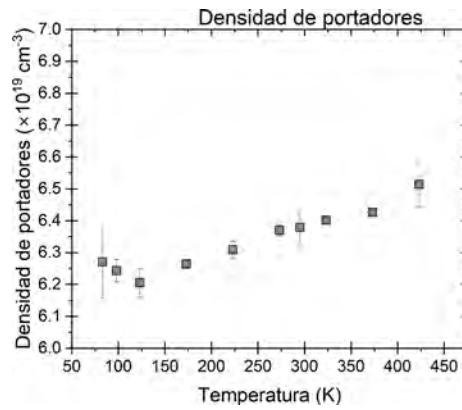


Figura 4.8: Densidad de portadores de carga vs temperatura de AZO tratado por choque térmico en Ar a 500°C por 2 horas, la densidad de portadores aumenta con la temperatura algo esperado en un semiconductor.

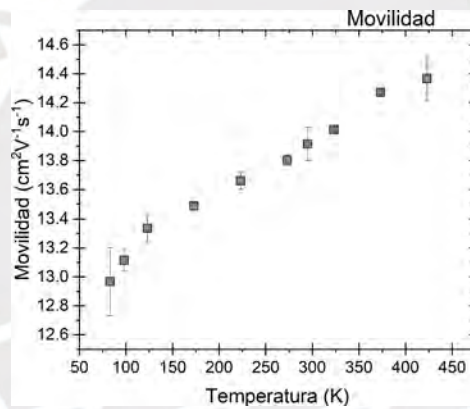


Figura 4.9: Movilidad vs temperatura de AZO tratado por choque térmico en Ar a 500°C por 2 horas. La movilidad aumenta con la temperatura.

La tabla 4.2 muestra las propiedades eléctricas antes y después de medir, cuando la muestra alcanza nuevamente la temperatura ambiente. Como era de esperarse no hay cambios significativos en las propiedades eléctricas.

Tabla 4.2: Propiedades de transporte eléctrico de AZO tratado por choque térmico en Ar a 500°C por 2 horas, antes de medir y luego de finalizar la medida, ambas medidas a temperatura ambiente. La incertidumbre asociada a los valores medidos está alrededor del 1 %.

Propiedades de transporte	Inicio	Final
Resistividad ( $\times 10^{-3} \text{ Ohm.cm}$ )	7.13	7.04
Densidad de portadores ( $\times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ )	6.37	6.32
Movilidad ( $\text{cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ )	13.73	13.79

#### 4.2.2. AZO medido en vacío

En este apartado se presentan los resultados comparativos de medir dos películas delgadas de AZO a altas temperaturas, usando solo vacío y sin flujo de gas inerte. La primera muestra no fue sometida a ningún tratamiento térmico, mientras que la segunda fue tratada por choque térmico en atmósfera de argón a 300°C por 1 hora. Las medidas empiezan a 293K y se calienta con una rampa de 10K/min. Para verificar la repetibilidad de las medidas cada punto de temperatura se mide 3 veces antes de pasar a la siguiente temperatura.

En la figura 4.10 se observa que la resistividad de la muestra sin tratamiento térmico disminuye con el aumento de la temperatura, esto indica comportamiento semiconductor hasta 420K. Luego la resistividad aumenta con la temperatura lo que indica comportamiento metálico. Por otro lado, la muestra con tratamiento térmico se comporta como metal en todo el rango de temperatura. Adicionalmente se observa que la dispersión en los valores de la resistividad aumenta con la temperatura.

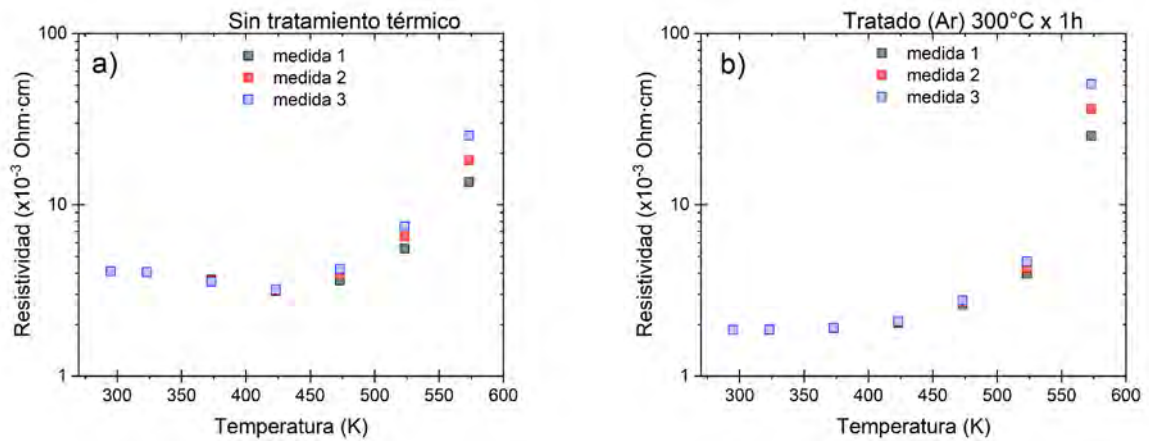


Figura 4.10: Resistividad vs temperatura. AZO sin tratamiento térmico (a), AZO tratado por choque térmico en Ar a 300°C por 1 hora (b). Se repite la medida 3 veces para cada temperatura.

La figura 4.11 muestra cómo cambia  $R_H$  con la temperatura. En ella se observa la muestra sin tratamiento térmico presenta una dispersión considerable para temperaturas superiores a los 470K, mientras que la muestra con tratamiento térmico muestra un incremento drástico en la dispersión a partir de 573K. La misma figura también muestra, a altas temperaturas,  $R_H C$  y  $R_H D$  presentan diferentes signos lo que indica diferentes tipos de portador. No obstante, para un material homogéneo como lo era a temperatura ambiente el tipo de portador no depende de la dirección de medida. Esto se discutirá con mayor detalle en la subsección 4.2.2.1.

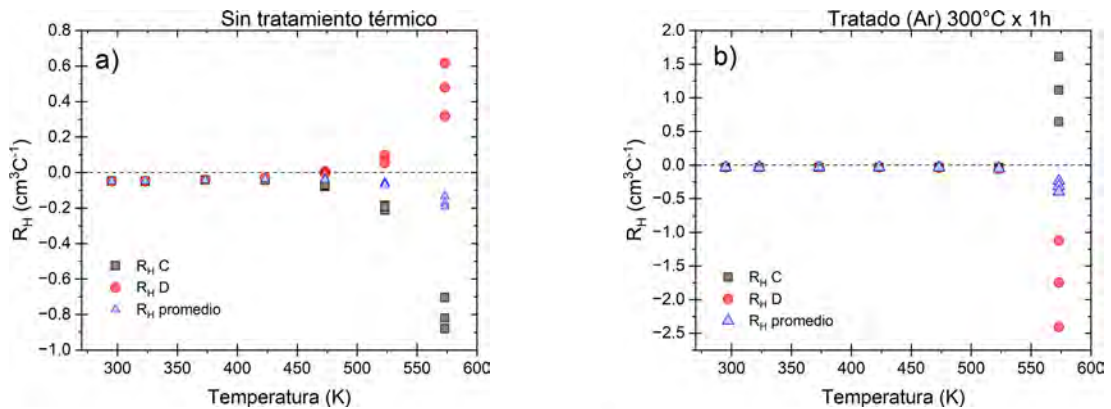


Figura 4.11: Coeficiente de Hall ( $R_H$ ) vs temperatura. AZO sin tratamiento térmico (a), AZO tratado por choque térmico en Ar a  $300^\circ\text{C}$  por 1 hora (b). Se repite la medida 3 veces para cada temperatura. La dispersión de los puntos medidos a la misma temperatura incrementa con la temperatura.

La figura 4.12 revela que  $\Delta R_H$  en la muestra sin tratamiento térmico presenta valores superiores al 100 % para temperaturas superiores a  $420\text{K}$ , llegando incluso a 1000 %, mientras que la muestra con tratamiento térmico supera el 100 % para temperaturas superiores a  $550\text{K}$ . Esto revela que la calidad de la medida de la muestra sin tratamiento térmico se deteriora con mayor facilidad. En la muestra sin tratamiento térmico no se pudo asegurar la calidad de los resultados para temperaturas mayores a  $420\text{K}$ .

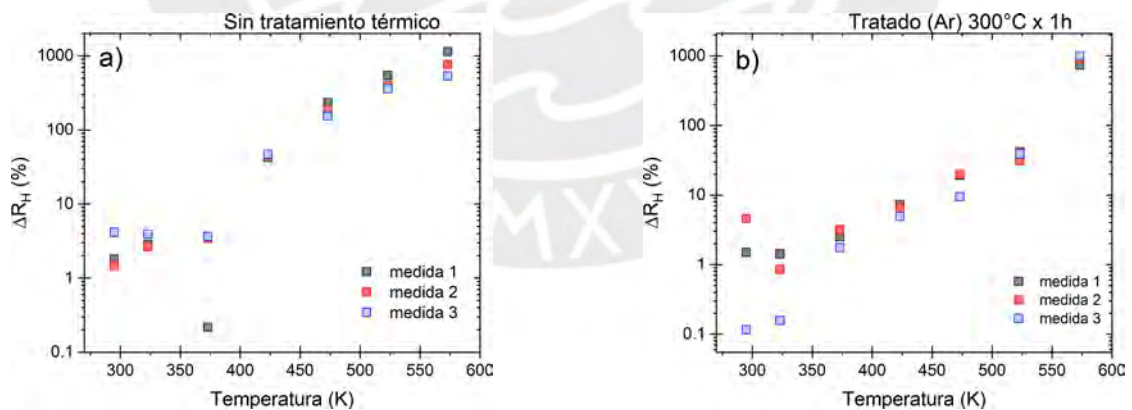


Figura 4.12: Variación del coeficiente de Hall ( $\Delta R_H$ ) vs temperatura. AZO sin tratamiento térmico (a) AZO tratado por choque térmico en Ar a  $300^\circ\text{C}$  por 1 hora (b). Se repite la medida 3 veces para cada temperatura. El  $\Delta R_H$  incrementa con la temperatura.

La figura 4.13 revela que ambas muestras presentan un comportamiento similar donde la densidad de portadores aumenta con la temperatura hasta  $420\text{K}$  luego disminuye. Sin embargo, el

incremento de la densidad de portadores de la muestra sin tratamiento térmico es mayor, esto podría deberse al hecho que la muestra con tratamiento térmico se comporta como metal, mientras que la muestra sin tratamiento térmico aún se comporta como semiconductor. Si a este análisis incluimos la figura 4.14 donde se muestra que la movilidad disminuye con la temperatura en ambas muestras, podemos decir que la muestra sin tratamiento térmico está gobernada por la densidad de portadores hasta  $420K$  lo que explica su comportamiento semiconductor, mientras que la muestra con tratamiento térmico está gobernada por la movilidad y esta a su vez tiene como principal mecanismo la dispersión por fonones.

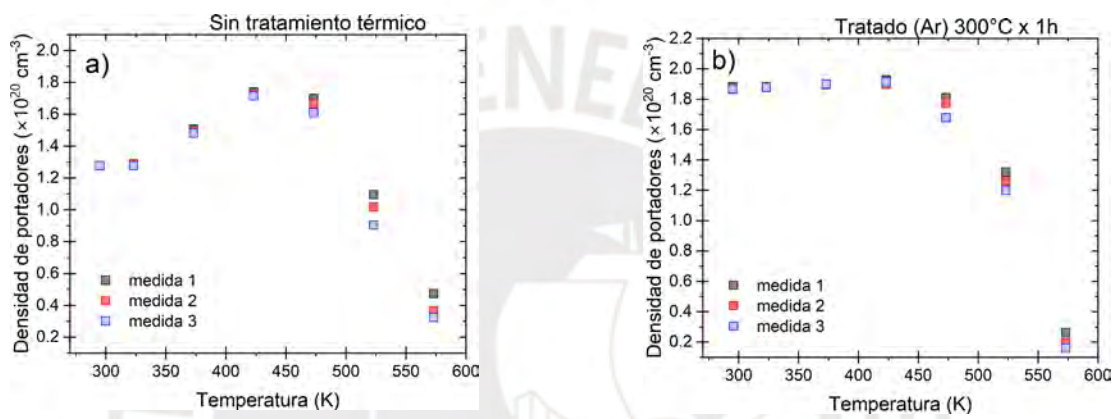


Figura 4.13: Densidad de portadores de carga vs temperatura en AZO sin tratamiento térmico (a), el comportamiento de la densidad de portadores cambia alrededor de  $450K$ . AZO tratado por choque térmico en Ar a  $300^{\circ}\text{C}$  por 1 hora (b). Se repite la medida 3 veces para cada temperatura.

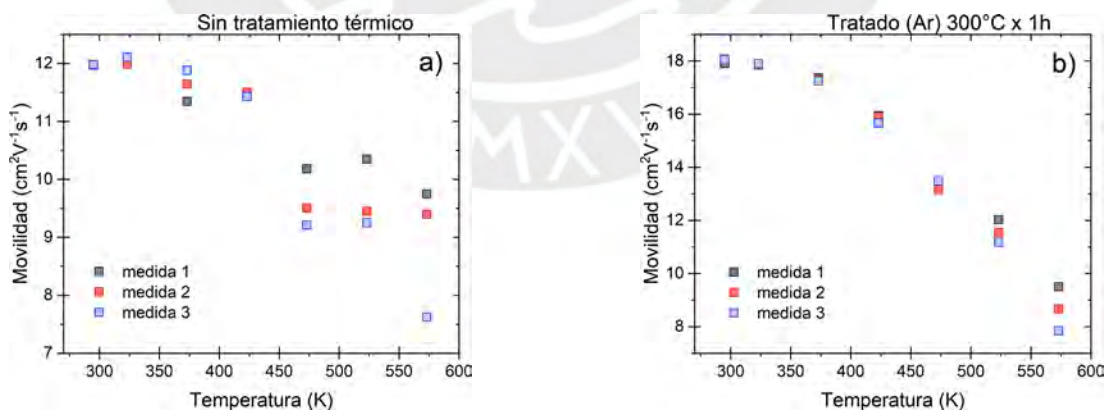


Figura 4.14: Movilidad vs temperatura. AZO sin tratamiento térmico (a), AZO tratado por choque térmico en Ar a  $300^{\circ}\text{C}$  por 1 hora (b). Se repite la medida 3 veces para cada temperatura. La movilidad disminuye con la temperatura.

Luego de concluir ambas medidas y regresando a temperatura ambiente se vuelven a medir ambas muestras. La tabla 4.3, muestra que, luego de la medida, la muestra sin tratamiento térmico es ahora muy resistiva y el sistema ya no es capaz de medirla. Mientras que la tabla 4.4 revela la modificación en las propiedades de transporte eléctrico para la muestra con tratamiento térmico luego de medir, este cambio en las propiedades antes y después de la medición sugieren un tratamiento térmico in-situ.

Tabla 4.3: Propiedades de transporte eléctrico de AZO sin tratamiento térmico antes medir y después de finalizar la medida, ambas a temperatura ambiente. La incertidumbre asociada a los valores medidos está alrededor del 1 %.

Propiedades de transporte	Inicio	Final
Resistividad ( $\times 10^{-3} Ohm.cm$ )	4.00	-
Densidad de portadores ( $\times 10^{20} cm^{-3}$ )	1.27	-
Movilidad ( $cm^2 V^{-1} s^{-1}$ )	11.97	-

Tabla 4.4: Propiedades de transporte eléctrico de AZO tratado por choque térmico en Ar a 300°C por 1 hora, antes y después de finalizar la medida, ambas a temperatura ambiente. La incertidumbre asociada a los valores medidos está alrededor del 1 %.

Propiedades de transporte	Inicio	Final
Resistividad ( $\times 10^{-3} Ohm.cm$ )	1.80	120.0
Densidad de portadores ( $\times 10^{19} cm^{-3}$ )	18.80	1.37
Movilidad ( $cm^2 V^{-1} s^{-1}$ )	17.90	3.66

#### 4.2.2.1. AZO sin tratamiento térmico

Con el objetivo de entender porque el signo de  $R_{HC}$  y  $R_{HD}$  son diferentes para altas temperaturas, se realizó una medida en configuración de efecto Hall luego de las medidas a alta temperatura. La figura 4.15 muestra la medida de efecto Hall al inicio, mientras que la figura 4.16 muestra la medida en configuración de efecto Hall para campo cero, luego de las medidas en alta temperatura. Esta última figura revela un comportamiento lineal de las curvas IV, pero con diferentes pendientes para corriente positiva o negativa lo que se puede interpretar como la presencia de anisotropía en el material. Se usa la resolución espacial del elipsómetro SenResearch 4.0 para monitorear la absorción de portadores libres en el rango infrarrojo. La figura 4.17 muestra que la frecuencia de plasma ( $\omega_p$ ) cambia con la posición. Este  $\omega_p$  está relacionado con la densidad de portadores de carga mediante la relación  $\omega_p^2 = ne^2 / \epsilon_0 m^*$ , por lo que se puede decir que la densidad de portadores de carga o la masa efectiva cambian a lo largo de la diagonal. Esto puede ser producto de aplicar un campo magnético mientras se calienta la muestra, induciendo anisotropía en el material.

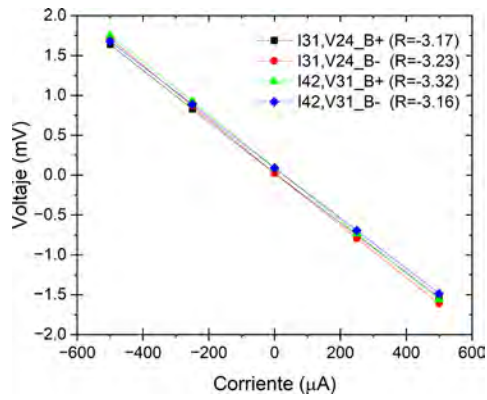


Figura 4.15: Medida de efecto Hall de AZO sin tratamiento térmico al inicio a temperatura ambiente.

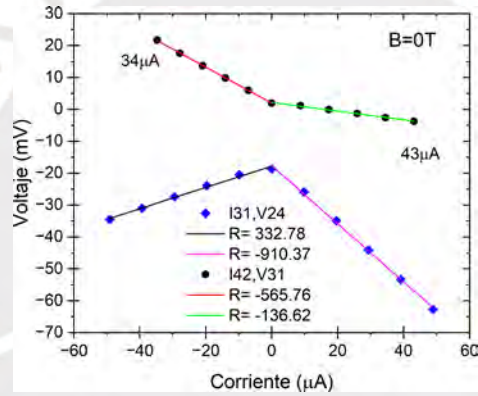


Figura 4.16: Medida en configuración de efecto Hall ( $B=0T$ ) de AZO sin tratamiento térmico luego de medir en alta temperatura. Se observa cambio de pendiente para corriente positiva y negativa.

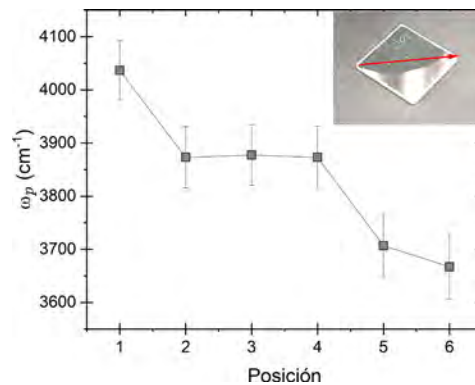


Figura 4.17: Frecuencia de plasma ( $\omega_p$ ) obtenida por elipsometría vs posición en la diagonal de AZO sin tratamiento térmico luego de la medida en alta temperatura. Se observa variación de  $\omega_p$  con la posición.

#### 4.2.2.2. AZO tratado por choque térmico en Ar a 300°C por 1 hora

Con el propósito de entender la dispersión de los resultados mostrados en las figuras 4.13 y 4.14 para la muestra con tratamiento térmico. Se grafican los resultados de medir efecto Hall para diferentes temperaturas. Como se muestra en la figura 4.18 las pendientes de las curvas I-V para una temperatura de 323K son iguales en las 3 medidas, cuando la temperatura alcanza 523K se logra observar cierta variación en las pendientes, esta podría incluso estar asociado a ruido térmico. No obstante, para la temperatura de 573K las pendientes son completamente diferentes con una tendencia a aumentar entre una medida y la siguiente. Esto concuerda con los resultados anteriores de la variación del coeficiente de Hall mostrada en la figura 4.12. Esta variación no corresponde al error de los instrumentos, sino al hecho que hay tratamiento térmico in-situ que cambia la muestra durante la medida.

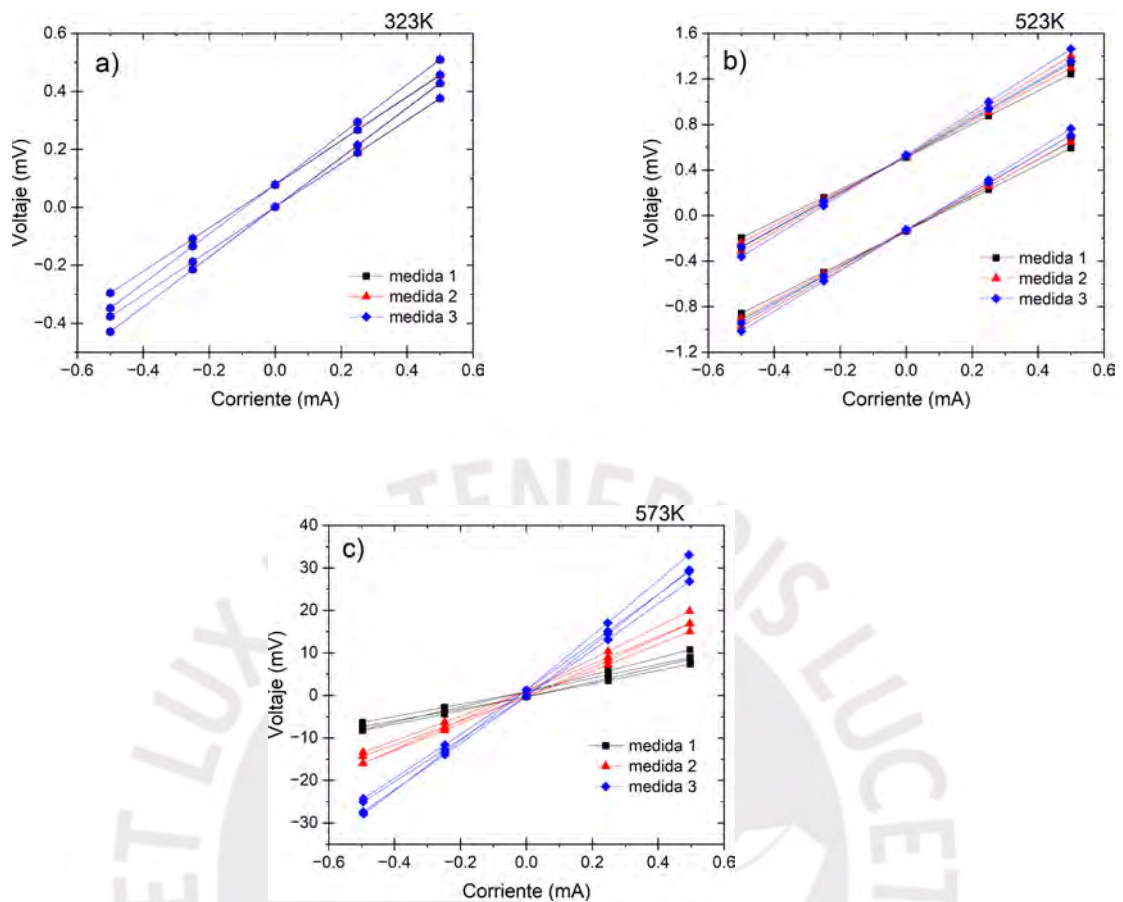


Figura 4.18: Medidas de efecto Hall tomadas 323K (a), 523K(b) y 573K (c). Se repite la medida 3 veces en cada temperatura para comparar la repetibilidad.

#### 4.2.3. AZO calentado en nitrógeno a 500°C por 2 horas

Esta muestra fue tratada por choque térmico en atmósfera de nitrógeno a una temperatura de 500°C por 2 horas. Para medir la muestra se activó el sistema de vacío durante toda la medida a la vez que se inyecta un flujo constante de gas nitrógeno. Esto último con la finalidad de evitar que la muestra reaccione con el aire remanente dentro de la plataforma de medición.

Las medidas empiezan a una temperatura de 293K, tomando 3 lecturas por cada temperatura. Luego se calienta la plataforma a una razón de 10K/min hasta el siguiente punto de temperatura, repitiendo el proceso hasta llegar a 573K.

La tabla 4.5 muestra una comparación de las propiedades de transporte eléctrico antes de medir en altas temperaturas y luego de finalizar las medidas cuando la muestra regresa a la temperatura ambiente. Podemos ver que la densidad de portadores no ha sufrido cambios significativos, sin embargo, la movilidad aumenta drásticamente luego de la medida, esto puede estar asociado a la

pasivación de defectos complejos relacionados a oxígeno [5].

Tabla 4.5: Propiedades de transporte eléctrico de AZO tratado por choque térmico en  $N_2$  a  $500^\circ\text{C}$  por 2 horas, antes de medir y después de finalizar la medida, ambas a temperatura ambiente. La incertidumbre asociada a los valores medidos está alrededor del 1 %.

Propiedades de transporte	Inicio	Final
Resistividad ( $\times 10^{-3} \text{ Ohm.cm}$ )	16.50	6.68
Densidad de portadores ( $\times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ )	3.89	3.82
Movilidad ( $\text{cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ )	9.71	24.48

La figura 4.23 revela el comportamiento semiconductor de la muestra, esto es respaldado por lo mostrado en la figura 4.21 donde la densidad de portadores de carga aumenta con la temperatura hasta 420K, pero por encima de esta temperatura la densidad de portadores disminuye lo que es un comportamiento anómalo y puede deberse al tratamiento térmico in-situ que aumenta la movilidad de forma permanente como sugiere la tabla 4.5. La figura 4.22 muestra que la movilidad aumenta considerablemente con la temperatura duplicándose entre 293K y 573K. No obstante, para temperaturas superiores a 450K se observa que la dispersión en los valores de la movilidad aumenta, incluso a una misma temperatura hay una tendencia a aumentar, lo que sugiere un tratamiento térmico in-situ.

La figura 4.20 brinda información de la calidad de las medidas donde vemos que el tipo de portador son electrones. La variación del coeficiente de Hall ( $\Delta R_H$ ) aumenta con la temperatura, sin embargo, podemos decir que las medidas del coeficiente de Hall son consistentes hasta 420K, luego la dispersión aumenta significativamente.

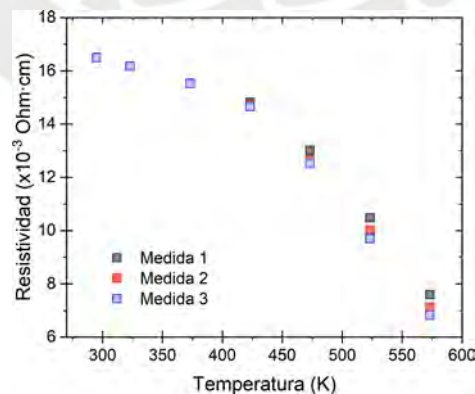


Figura 4.19: Resistividad vs temperatura de AZO tratado por choque térmico en  $N_2$  a  $500^\circ\text{C}$  por 2 horas. Se repite la medida 3 para cada temperatura. la resistividad disminuye con la temperatura.

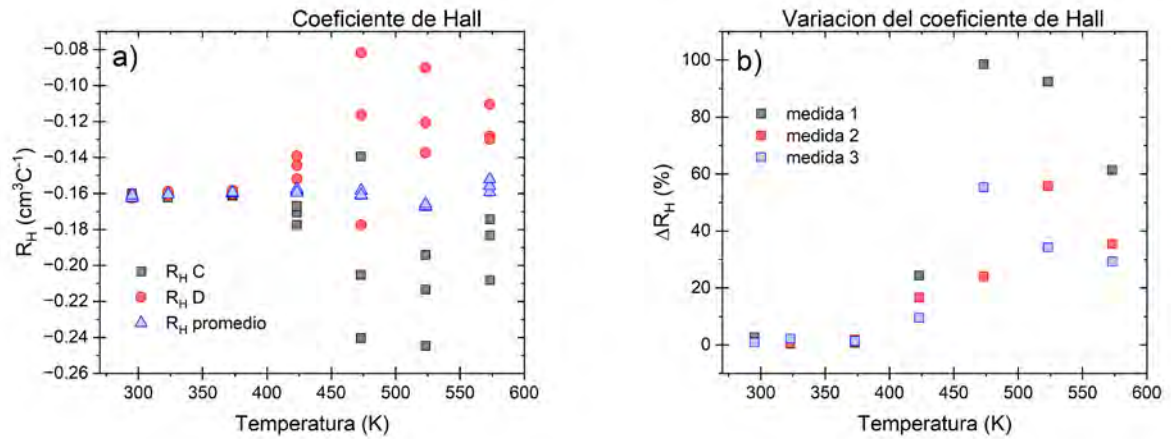


Figura 4.20: Coeficiente de Hall (a), Variación del coeficiente de Hall (b) vs temperatura de AZO tratado por choque térmico en  $N_2$  a  $500^\circ\text{C}$  por 2 horas. Se repite la medida 3 veces para cada temperatura. La dispersión de los resultados aumenta con la temperatura.

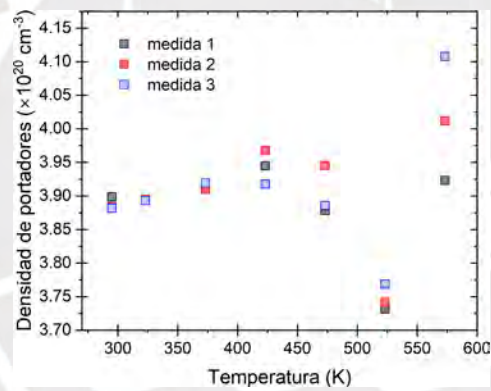


Figura 4.21: Densidad de portadores de carga vs temperatura de AZO tratado por choque térmico en  $N_2$  a  $500^\circ\text{C}$  por 2 horas. Se repite la medida 3 veces para cada temperatura.

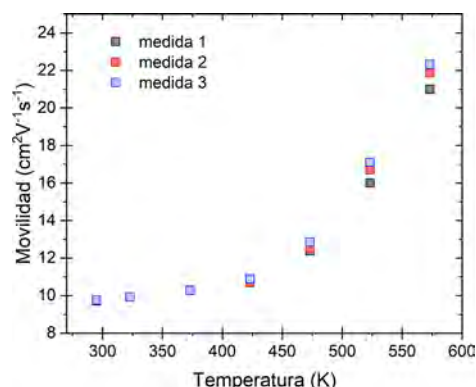


Figura 4.22: Movilidad vs temperatura de AZO tratado por choque térmico en  $N_2$  a  $500^\circ C$  por 2 horas. Se repite la medida 3 veces para cada temperatura.

#### 4.2.4. AZO calentado en argón a $500^\circ C$ por 2 horas luego en nitrógeno a $400^\circ C$ con una rampa de $3^\circ C/min$

Esta muestra fue sometida a dos tratamientos térmicos. El primero por choque térmico a  $500^\circ C$  por 2 horas en atmósfera de argón, y el segundo fue por rampa térmica en atmósfera de nitrógeno, usando una rampa de  $3^\circ C/min$  hasta llegar a los  $400^\circ C$ . Se mantuvo a esta temperatura por 30 minutos y luego se enfrió con una rampa de  $15^\circ C/min$  hasta volver a temperatura ambiente.

Luego de ambos tratamientos térmicos la muestra se colocó en la plataforma con la bomba de vacío encendida y con flujo constante de nitrógeno. La medida empieza a  $293K$ , se repite la medida 3 veces a cada temperatura, luego se calienta a razón de  $10K/min$  hasta la siguiente temperatura, se repite el mismo proceso hasta alcanzar los  $673K$ .

La tabla 4.6 muestra cómo cambian las propiedades eléctricas de una película delgada de AZO con los diferentes tratamientos térmicos. En particular, la movilidad de la muestra aumenta considerablemente. También se puede observar que, la muestra luego de medición en el rango de  $293 - 673K$ , no ha cambiado significativamente su resistividad, ni densidad de portadores. No obstante, la movilidad disminuye ligeramente, lo que sugiere un tratamiento térmico in-situ que introduce defectos en la muestra y aumenta dispersión de portadores.

Tabla 4.6: Propiedades de transporte eléctrico de una película delgada de AZO crecida, luego de un tratamiento térmico a 500°C en argón por choque térmico (CT), un tratamiento adicional usando una rampa de 3°C/min hasta 400°C en nitrógeno y luego de hacer medidas dependientes de la temperatura hasta 673K, todas las medidas son a temperatura ambiente. La incertidumbre asociada a los valores medidos está alrededor del 1 %.

Propiedades eléctricas	Crecida	CT (Ar)	RT (N2)	Final
Resistividad ( $\times 10^{-3} \text{Ohm.cm}$ )	4.96	6.12	2.04	2.08
Densidad de portadores ( $\times 10^{19} \text{cm}^{-3}$ )	11.10	7.13	9.14	9.48
Movilidad ( $\text{cm}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$ )	11.28	14.28	33.46	31.61

La figura 4.23 muestra que la resistividad aumenta con la temperatura lo que revela comportamiento metálico en el rango 293 – 523K, luego la resistividad disminuye con la temperatura. Para analizar esto último es necesario ver el comportamiento de la densidad portadores de carga y de la movilidad. La figura 4.25 muestra un incremento constante en la densidad de portadores con la temperatura en el rango 293 – 623K. Aunque se espera que para un semiconductor degenerado los dopantes ya estén ionizados incluso a bajas temperaturas, la presencia de defectos profundos que liberen portadores al calentarse puede explicar esta tendencia. Mientras que la movilidad (ver figura 4.26) disminuye con la temperatura, sin embargo, esta disminución es menor alrededor de 550K. Para temperaturas superiores a 623K la movilidad aumenta, esto puede estar relacionado a tratamiento térmico in-situ de la muestra como sugiere la tabla 4.5. Los comportamientos descritos por la movilidad y la de densidad de portadores de carga alrededor de 550K explican el comportamiento de la resistividad. Para temperaturas menores el cambio de la movilidad es más significativo y gobierna el comportamiento metálico. A temperaturas superiores la variación de la movilidad es menor, pero la densidad portadores de carga continúa aumentando por lo que gobierna el comportamiento semiconductor.

La figura 4.24 muestra que el tipo de portador son electrones, además que los resultados son consistentes hasta los 623K, ya que hasta esta temperatura el  $\Delta R_H$  es menor que 10 % en todos los puntos medidos.

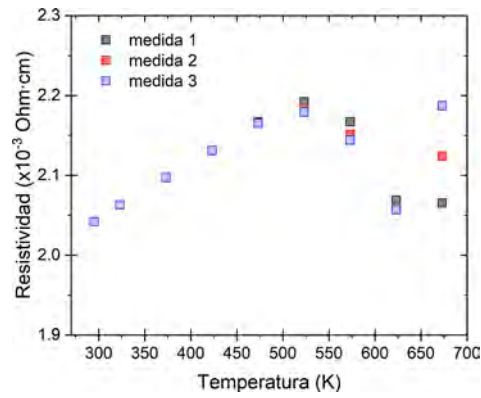


Figura 4.23: Resistividad vs temperatura de AZO con doble tratamiento térmico, se repite la medida 3 veces para cada temperatura. Los resultados son consistentes para temperaturas menores a 650K.

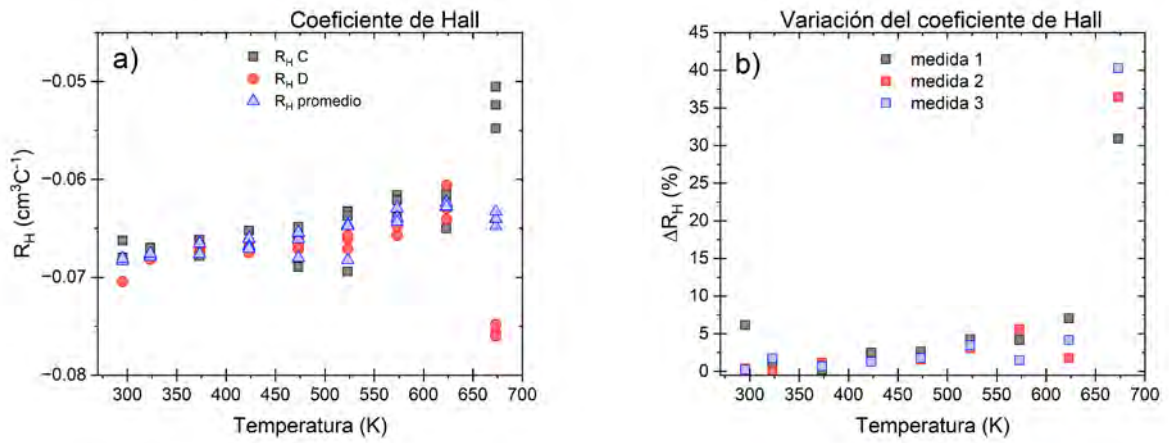


Figura 4.24: Coeficiente de Hall  $R_H$  (a), variación del coeficiente de Hall  $\Delta R_H$  (b) vs temperatura de AZO con doble tratamiento térmico. Se repite la medida 3 veces para cada temperatura, los resultados son repetibles hasta 650K.

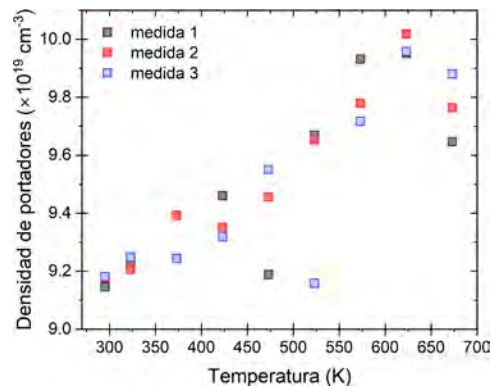


Figura 4.25: Densidad de portadores de carga vs temperatura de AZO con doble tratamiento térmico, la medida se repite 3 veces para cada temperatura. La densidad de portadores aumenta con la temperatura.

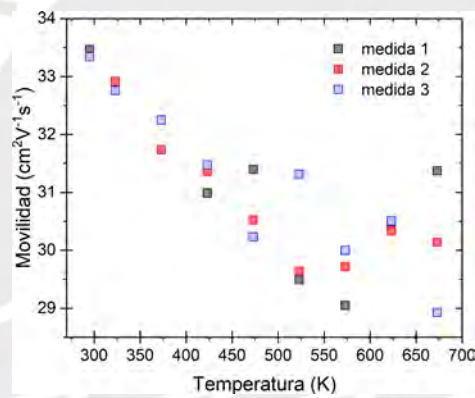


Figura 4.26: Movilidad vs temperatura de AZO con doble tratamiento térmico, la medida se repite 3 veces para cada temperatura. La movilidad disminuye con la temperatura.

### 4.3. AZO con diferentes tratamientos térmicos

Los resultados anteriores muestran una fuerte dependencia entre las propiedades de transporte eléctrico con el tratamiento térmico.

La tabla 4.7 contiene las propiedades de transporte eléctrico para muestras de AZO con diferentes tratamientos térmicos. La muestra 1 representa el promedio de todas las muestras gemelas antes del tratamiento térmico. Lo primero que resalta de las muestras 2 y 3 es que, aunque ambas tratadas por choque térmico a la misma temperatura, pero cambiando el gas entre argón y nitrógeno afecta a las propiedades eléctricas, esto se puede ver en la densidad de portadores. Donde el nitrógeno parece pasivar más impurezas donadoras de carga, mientras que la movilidad de la muestra tratada

en argón incrementa esto puede estar asociado a la disminución de defectos localizados, por ejemplo, disminución de fronteras de grano.

La muestra 4 combina los tratamientos térmicos de las muestras 2 y 3 en ese orden, donde la movilidad aumenta ligeramente. La muestra 5 combina el tratamiento de la muestra 2 con un tratamiento con rampa de  $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$  en la estación de medida hasta  $400^{\circ}\text{C}$ , donde la movilidad aumenta considerablemente comparada con la movilidad de la muestra 4. Este aumento en la movilidad refuerza la idea de la pasivación de defectos complejos relacionados a oxígeno.

La muestra 6 tiene un tratamiento por rampa ( $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ) hasta  $400^{\circ}\text{C}$  obteniendo una movilidad de  $20\text{cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ . Para comparar el tratamiento por choque térmico y por rampa en el mismo equipo se utilizó la plataforma de medida, dando como resultado la muestra 7. Donde la movilidad es ligeramente superior a la obtenida para la muestra 6 que fue tratada en la misma plataforma por choque térmico.

Las muestras tratadas en la plataforma de medida ya sea por choque térmico o por rampa presentan mayor movilidad y mayor densidad de portadores, la principal diferencia entre la plataforma y el horno tubular es el nivel de vacío que pueden alcanzar, la plataforma alcanza  $105\text{mbar}$  según ficha técnica, mientras el horno tubular alcanza una presión base de  $4 \times 10^{-5}\text{mbar}$ , esto significa que en la plataforma hay mayor cantidad de contaminantes y estos podrían pasivar defectos relacionados a oxígeno. Las muestras 8 y 9 muestran que calentar por mayor tiempo o usar temperaturas más altas no mejora las propiedades eléctricas.

Tabla 4.7: Propiedades de transporte eléctrico de AZO con diferentes tratamientos térmicos. La incertidumbre asociada a los valores medidos está alrededor del 1 %.

N° muestra	Tratamiento térmico	Resistividad ( $\times 10^{-3}\text{Ohm.cm}$ )	Densidad de portadores ( $\text{cm}^{-3}$ )	Movilidad ( $\text{cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ )
1	Ninguno	4.40	$1.32 \times 10^{20}$	11.79
2	CT (Ar) $500^{\circ}\text{C} \times 2\text{h}$	6.20	$6.91 \times 10^{19}$	14.44
3	CT ( $\text{N}_2$ ) $500^{\circ}\text{C} \times 2\text{h}$	16.72	$3.86 \times 10^{19}$	9.66
4	CT (Ar) $500^{\circ}\text{C} \times 2\text{h} +$ CT ( $\text{N}_2$ ) $500^{\circ}\text{C} \times 2\text{h}$	4.38	$7.82 \times 10^{19}$	18.24
5	CT (Ar) $500^{\circ}\text{C} \times 2\text{h} +$ RT ( $\text{N}_2$ ) $3^{\circ}\text{C}/\text{min} 400^{\circ}\text{C}$	2.04	$9.16 \times 10^{19}$	33.38
6	RT ( $\text{N}_2$ ) $3^{\circ}\text{C}/\text{min} 400^{\circ}\text{C}$	1.44	$2.09 \times 10^{20}$	20.73
7	CT ( $\text{N}_2$ ) $500^{\circ}\text{C} \times 2\text{h}$ Plataforma de medida	2.06	$1.33 \times 10^{20}$	22.75
8	RT (Ar) $2^{\circ}\text{C}/\text{min} 600^{\circ}\text{C}$	249.86	–	–
9	CT (Ar) $500^{\circ}\text{C} \times 4\text{h}$	29.81	$2.70 \times 10^{19}$	7.73

#### 4.4. Cálculo de la energía de los defectos en SiC:N

Se realizaron medidas de resistividad en el rango de 80 – 340K en una muestra de carburo de silicio nitrogenado (SiC:N) como se muestra en la figura 4.27. Las medidas de resistividad obtenidas son consistentes, sin embargo, para esta muestra no fue posible determinar el coeficiente de Hall de manera confiable debido a un  $\Delta R_H$  elevado, por lo que no se considera en este análisis.

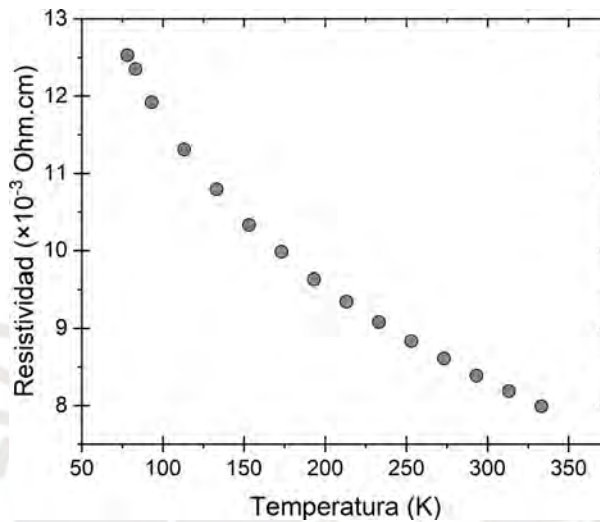


Figura 4.27: Resistividad vs temperatura de SiC:N, la resistividad disminuye con la temperatura.

Para determinar la energía de activación se usa el gráfico de Arrhenius considerando una y dos energías de activación (ver figura 4.28).

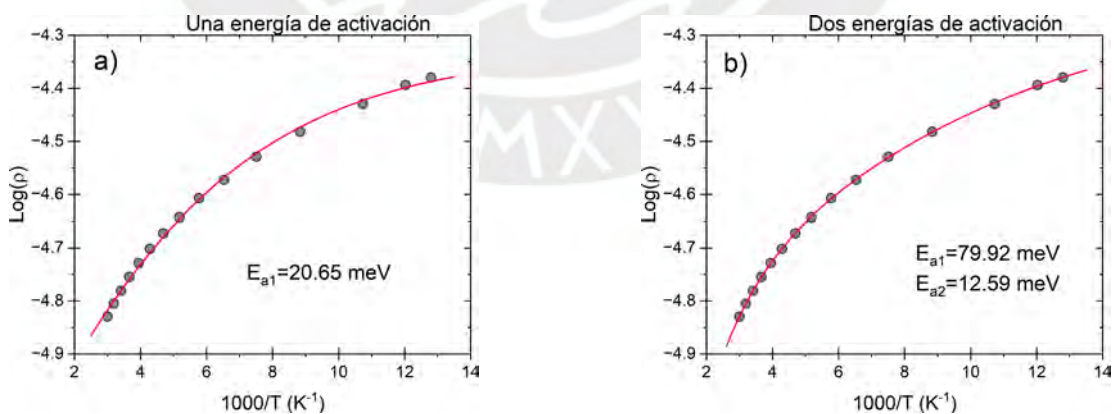


Figura 4.28: Gráfico de Arrhenius para SiC:N  $\text{Log}(\rho)$  vs  $1000/T$ , considerando una energía de activación (a) y dos energías de activación (b).

La figura 4.28a muestra el ajuste considerando una sola energía de activación, sin embargo, no

logra representar bien los extremos de los datos experimentales. Además, se observa un cambio de pendiente para altas y bajas temperaturas, esto sugiere mecanismos adicionales de activación. La figura 4.28b muestra el ajuste considerando 2 energías de activación, donde los datos experimentales están mejor representados.

El nitrógeno en el SiC es el principal elemento donador, dopando al SiC:N como un semiconductor tipo *n* [28, 29]. El nitrógeno es la impureza donadora poco profunda más importante en el SiC [30]. Se puede asociar la energía de activación de 12.59meV a impurezas poco profundas, mientras que la de 79.92meV a defectos más profundos.



## Capítulo 5

# Conclusiones

Se implementó un sistema DC de efecto Hall en configuración de Van der Pauw para medir propiedades eléctricas de películas delgadas semiconductoras. Este sistema permite medir la resistividad, densidad de portadores de carga, tipo de portador y la movilidad de materiales conductores de manera consistente a temperatura ambiente. Para la implementación del sistema, se aplicaron estrategias como medir repetidamente para mitigar el ruido de Johnson que se vuelve más importante conforme se eleva la temperatura de la muestra. Se consideró la inversión de corriente para corregir desplazamientos termoeléctricos en la señal medida, también se aplicó la inversión del campo magnético para mitigar el efecto de la corriente de desalineamiento.

El sistema resultante tiene la capacidad comprobada de medir las propiedades de transporte eléctrico en el rango de  $-190^{\circ}\text{C}$  hasta  $350^{\circ}\text{C}$ . La variación porcentual del coeficiente de Hall para las muestras de AZO en este rango es menor al 10 % lo que asegura la calidad de los resultados.

El principal desafío de medir a bajas temperaturas ( $-195^{\circ}\text{C}$  -  $20^{\circ}\text{C}$ ) es la formación de hielo, esto altera significativamente las medidas de efecto Hall cuyo voltaje asociado es pequeño. Esto es superado incorporando un sistema de bajo vacío y purga con nitrógeno.

El principal desafío de medir en altas temperaturas ( $20^{\circ}\text{C}$  -  $400^{\circ}\text{C}$ ) es el tratamiento térmico in-situ. Algunas de las muestras de AZO estudiadas cambian sus propiedades eléctricas significativamente después de medir, a pesar de medir en vacío con flujo de gas inerte. Esto es indicativo de que la muestra no es térmicamente estable en todo el rango y que aún hay procesos pendientes activados por temperatura, como pasivación de defectos complejos relacionados a oxígeno. Por lo que es posible inducir anisotropías en el material calentándolo mientras se aplica un campo magnético.

El tratamiento térmico impacta significativamente en las propiedades eléctricas del AZO, siendo capaz de duplicar, incluso triplicar su movilidad usando doble tratamiento térmico. Además, la presión durante el tratamiento térmico es un factor importante que influye significativamente en

los resultados. Este proceso permite cambiar el comportamiento del material entre semiconductor y metal.

Finalmente el sistema implementado permitió obtener energías de activación de SiC:N, encontrando energías de 12.59meV y 79.92meV.

En conjunto, este trabajo valida un sistema confiable para la caracterización de las propiedades eléctricas de películas delgadas de materiales funcionales mediante el efecto Hall. Los resultados obtenidos demuestran su aplicación en el estudio y desarrollo de materiales avanzados con potencial uso en dispositivos electrónicos y optoelectrónicos.



# Bibliografía

- [1] E Serquen, F Bravo, Z Chi, L A Enrique, K Lizárraga, C Sartel, E Chikoidze, and J A Guerra. Impact of c- and m- sapphire plane orientations on the structural and electrical properties of beta-ga2o3 thin films grown by metal-organic chemical vapor deposition. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 57(49):495106, sep 2024.
- [2] P Llontop, C E Torres, M Piñeiro, L Conde, A Tejada, J A Töfflinger, F Rumiche, F F H Aragón, DG Pacheco-Salazar, R Grieseler, L Korte, and J A Guerra. Indirect excitation and luminescence activation of tb doped indium tin oxide and its impact on the host's optical and electrical properties. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 55(21):210002, feb 2022.
- [3] C.A. Vilca-Huayhua, S. Mishra, M.A.R. Martinez, J.A. Guerra, L. Villegas-Lelovsky, F.F.H. Aragón, and J.A.H. Coaquira. Tailoring structural, electrical, and optical properties of ito thin films via vacuum-pressure annealing: An experimental and theoretical study. *Journal of Alloys and Compounds*, 1017:178909, 2025.
- [4] E. Serquen, K. Lizárraga, L. A. Enrique, F. Bravo, S. Mishra, P. Llontop, P. Venezuela, L. R. Tessler, and J. A. Guerra. Crystalline environment of luminescent  $\text{tb}^{3+}$  ions embedded in indium tin oxide thin films: A dft and crystal field analysis assessment. *Phys. Rev. Mater.*, 9:055202, May 2025.
- [5] L. A. Enrique, S. Mishra, E. Serquen, F. Bravo, K. Lizárraga, D. Cespedes, M. Piñeiro, P. Llontop, and J. A. Guerra. Revisiting the optoelectronic properties of sputtered aluminium-doped zinc oxide: a study combining advanced optical dispersion models. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 58, 1 2025.
- [6] 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.
- [7] L. J. van der Pauw. A method of measuring specific resistivity and hall effect of discs of arbitrary shape. *Philips research reports*, 13(1), 1958.

- [8] Toru Matsumura and Yuichi Sato. A theoretical study on van der pauw measurement values of inhomogeneous compound semiconductor thin films. *Journal of Modern Physics*, 1(5):340–347, 2010.
- [9] B. Agrawal, S. Choudhary, P. K. Sahu, and T. Dasgupta. High temperature setup for measurement of hall coefficient and electrical conductivity of thermoelectric materials. *The Review of scientific instruments*, 95, 9 2024.
- [10] Florian Werner. Hall measurements on low-mobility thin films. *Journal of Applied Physics*, 122, 10 2017.
- [11] Jeffrey Lindemuth. *Hall Effect Measurement Handbook: A Fundamental Tool for Semiconductor Material Characterization*. Lake Shore Cryotronics, Inc., Westerville, OH, 2020.
- [12] Jeffrey Lindemuth and Shin-Ichiro Mizuta. Hall measurements on low-mobility materials and high resistivity materials. 8110:81100I, 2011.
- [13] Simon M. Sze and Ming-Kwei Lee. *Semiconductor Devices: Physics and Technology*. John Wiley & Sons, Hoboken, NJ, 3 edition, 2012.
- [14] Harald Ibach and Hans Lüth. *Solid-State Physics: An Introduction to Principles of Materials Science*. 4th edition, 2009.
- [15] Luis Angel Conde Mendoza. Implementación de un sistema de medición de resistividad eléctrica en películas delgadas semiconductoras por el método de van der pauw, 2017.
- [16] Paul David Llontop López-Dávalos. Implementación de un sistema de medición de resistividad eléctrica de películas delgadas semiconductoras a bajas temperaturas, 2017.
- [17] Peter Y. Yu and Manuel Cardona. *Fundamentals of Semiconductors: Physics and Materials Properties*. Springer, Berlin, Heidelberg, 4 edition, 2010.
- [18] Keithley. *Low Level Measurements Handbook: Precision DC Current, Voltage, and Resistance Measurements*. Tektronix, 7th edition, 2014.
- [19] Keithley Instruments Inc. *Model 2182A: Nanovoltmeter Instrument Specifications*. Tektronix, Inc., Cleveland, OH, USA, 2016. Model 2182A Nanovoltmeter.
- [20] J. Lindemuth. Variable temperature Hall measurements on low-mobility materials. 8470:84700G, 2012.

- [21] Keithley Instruments. *Model 3765 Hall Effect Card User's Manual*. Keithley Instruments, Clevelande, Ohio, USA, 2017. Available from <https://www.lakeshore.com/>.
- [22] National Instruments. *LabVIEW Programming Reference Manual*. National Instruments Corporation, 2025. Versión utilizada: LabVIEW 2019.
- [23] ASTM Standard F76-08. Standard test methods for measuring resistivity and hall coefficient and determining hall mobility in single-crystal semiconductors. Technical report, 6 2008.
- [24] Kasper A. Borup, Eric S. Toberer, Leslie D. Zoltan, George Nakatsukasa, Michael Errico, Jean Pierre Fleurial, Bo B. Iversen, and G. Jeffrey Snyder. Measurement of the electrical resistivity and hall coefficient at high temperatures. *Review of Scientific Instruments*, 83, 12 2012.
- [25] K T Roro, G H Kassier, J K Dangbegnon, S Sivaraya, J E Westraadt, J H Neethling, A W R Leitch, and J R Botha. Temperature-dependent hall effect studies of zno thin films grown by metalorganic chemical vapour deposition. *Semiconductor Science and Technology*, 23(5):055021, apr 2008.
- [26] D.C. Look, H.L. Mosbacker, Y.M. Strzhemechny, and L.J. Brillson. Effects of surface conduction on hall-effect measurements in zno. *Superlattices and Microstructures*, 38(4):406–412, 2005. E-MRS 2005 Symposium G: ZnO and Related Materials.
- [27] Anderson Janotti and Chris G. Van De Walle. Fundamentals of zinc oxide as a semiconductor. *Reports on Progress in Physics*, 72, 2009.
- [28] M. A. Capano, Jr. Cooper, J. A., M. R. Melloch, A. Saxler, and W. C. Mitchel. Ionization energies and electron mobilities in phosphorus- and nitrogen-implanted 4h-silicon carbide. *Journal of Applied Physics*, 87(12):8773–8777, 06 2000.
- [29] Daniel J. Lichtenwalner, Jae Hyung Park, Steven Rogers, Hemant Dixit, Andreas Scholtze, Simon Bubel, and Sei Hyung Ryu. Temperature dependent electrical properties of n-type 4h-sic substrates. *Materials Science Forum*, 1089:3–7, 6 2023.
- [30] H.-J. Rost, D. Schulz, and D. Siche. *High Nitrogen Doping During Bulk Growth of SiC*, pages 163–178. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2004.