

Internet Electronic Journal*

Nanociencia et Moletrónica

Junio 2012, Vol. 10, N°1, pp. 1809-1820

Técnica de alta precisión para la medición de la densidad de portadores en películas delgadas aplicada a CdS dopadas con Er

D. Molina-Flores, E. Molina-Flores, J.A. Dávila-Píntle, B.A. Ramírez-Solís,
E. Morales-Rodríguez

Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Facultad de Ciencias de la Electrónica
CA. Optoelectrónica y Comunicaciones, y CA. Nanotrónica
Blvd 18 Sur y Av. San Claudio, CU, Col San Manuel, CP.72000 Puebla, Puebla, Méx.
esteban.molina@fce.buap.mx

recibido: 22.02.12

revisado: 22.04.12

publicado: 31.07.12

Citation of the article:

D. Molina-Flores, E. Molina-Flores, J.A. Dávila-Píntle, B.A. Ramírez-Solís, Técnica de alta precisión para la medición de la densidad de portadores en películas delgadas aplicada a CdS dopadas con Er, Int. Electron J. Nanoc. Moletrón, 2012, Vol. 10, N°1, pp 1809-1820

Copyright © BUAP 2012

<http://www.revista-nanociencia.ece.buap.mx>

Técnica de alta precisión para la medición de la densidad de portadores en películas delgadas aplicada a CdS dopadas con Er

D. Molina-Flores, E. Molina-Flores, J.A. Dávila-Píntle, B.A. Ramírez-Solís,
E. Morales-Rodríguez

Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Facultad de Ciencias de la Electrónica
CA. Optoelectrónica y Comunicaciones, y CA. Nanotrónica
Blvd 18 Sur y Av. San Claudio, CU, Col San Manuel, CP.72000 Puebla, Puebla, Méx.
esteban.molina@fce.buap.mx

recibido: 22.02.12

revisado: 22.04.12

publicado: 31.07.12

Internet Electron. J. Nanoc. Moletrón., 2012, Vol.10, N° 1, pp 1809-1820

Resumen

Se demuestra la posibilidad de realizar la medición de la densidad de portadores en películas delgadas de CdS dopadas con Er³⁺ con precisión nanométrica. Esto es posible mediante la implementación de la técnica *Lock-in* al voltaje de *Hall* en películas delgadas de semiconductor. Las muestras de semiconductor empleadas fueron películas delgadas de sulfuro de cadmio a distintos niveles de dopamiento con Er³⁺. Para cada una de estas se realiza el cálculo de la densidad de portadores empleando como parámetro experimental el voltaje de *Hall*. Los resultados de estas mediciones se comparan con los arrojados por instrumentos (trazadores de curva V-I) que tradicionalmente se emplean para determinar en forma gráfica la densidad de portadores. Se demuestra en forma gráfica y numérica, que la técnica *lock-in* posee alta precisión y fiabilidad que las técnicas tradicionales basadas en el voltaje de *Hall*.

Palabras clave: densidad de portadores, técnica Lock-in.

1. Introducción

Existen técnicas directas e indirectas para medir la densidad de portadores, las cuales están basadas en la medición de parámetros medibles en laboratorio, tales como: resistencia, capacitancia, corriente y voltaje de Hall [1,2]. En las técnicas directas podemos mencionar la medición por efecto *Hall*, que consiste en la medición de un voltaje transversal a la dirección de la corriente que circula a través de la película delgada. Dicho voltaje es resultado de la interacción de la corriente con un campo magnético perpendicular a esta. La otra es la técnica de *Van Der Paw* que es similar al efecto *Hall*. El voltaje de *Hall* es un parámetro que representa la base y el nexo para realizar la estimación experimental de la densidad de portadores en cada una de las películas delgadas.

Una de las aplicaciones del efecto *Hall* en semiconductores consiste en la determinación de la concentración de portadores en una muestra semiconductor ya que esta propiedad determina prácticamente la conductividad y la fotoconductividad del semiconductor, propiedades fundamentales en cuanto a aplicaciones tecnológicas se refiere.

Tradicionalmente, la medición de la densidad de portadores se lleva a cabo mediante efecto *Hall* utilizando corrientes y campos magnéticos constantes [3-5], sin embargo, esta forma de obtener la densidad de portadores está severamente limitada por la presencia de ruido en la medición del voltaje *Hall*. En este trabajo proponemos el empleo de corrientes periódicas variables en el tiempo con el propósito de que este voltaje pueda ser medido mediante una técnica de detección sensible a fase (*lock-in*) la cual, permite eliminar prácticamente todo el ruido presente en la medición, incrementando enormemente la sensibilidad de detección con respecto a la manera tradicional, el cual hace uso de un multímetro principalmente para medir el voltaje *Hall*.

2. Implementación de la técnica de medición *lock-in*

Particularmente la técnica *lock-in* para formar el lazo cerrado de medición, requiere de una señal externa llamada de referencia. En la Fig. 1, la señal de referencia puede ser una onda cuadrada con frecuencia ω_r , o bien ésta podría ser la señal de salida de sincronía de un generador de funciones. Si la salida senoidal del generador es usada para excitar el experimento, la señal de referencia se representa como $V_{sig} \text{sen}(\omega_r t + \theta_{sig})$. Sin embargo los instrumentos que implementan esta técnica, como lo son los amplificadores *lock-in*, generan su propia señal interna de referencia, usualmente un circuito de fase fija (*PLL*) amarrado a la señal externa de referencia. La señal interna de referencia se representa por $V_L \text{sen}(\omega_L t + \theta_{ref})$.

La salida del detector sensible a la fase (*PSD*) es simplemente el producto de las dos ondas senoidales, ver Ec. (1).

$$V_{PSD} = V_{sig} V_L \text{sen}(\omega_r t + \theta_{sig}) \text{sen}(\omega_L t + \theta_{ref}) \quad (1)$$

$$V_{PSD} = \frac{1}{2} V_{sig} V_L \cos([\omega_r - \omega_L]t + \theta_{sig} - \theta_{ref}) - \frac{1}{2} V_{sig} V_L \cos([\omega_r + \omega_L]t + \theta_{sig} + \theta_{ref}) \quad (2)$$

Por lo tanto la salida del PSD son dos señales de corriente alterna (AC), una a la diferencia de frecuencias ($\omega_r - \omega_L$) y la otra la suma de frecuencias ($\omega_r + \omega_L$), ver Ec. (2). Si la salida del PSD se pasa a través de un filtro pasa-bajas, las señales AC son removidas. Sin embargo, si $\omega_r = \omega_L$ la componente de la diferencia de frecuencias será una señal DC. En este caso, la señal del PSD filtrada será, ver Ec. (3); la señal de salida DC es proporcional a la amplitud de la señal.

$$V_{PSD} = \frac{1}{2} V_{sig} V_L \cos(\theta_{sig} - \theta_{ref}) \quad (3)$$

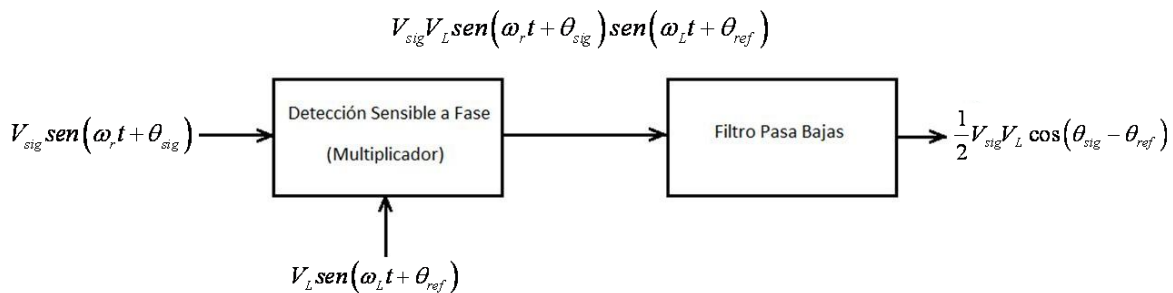


Fig.1 Diagrama a bloques del amplificador lock-in, modelo SR530m de la *Stanford Research Systems*

2. Determinación de la densidad de portadores

El efecto Hall es un fenómeno magnético basado en la fuerza de *Lorentz* que experimentan las cargas en movimiento dentro de un material expuesto a un campo magnético, la manifestación tangible es la aparición de un voltaje transversal conocido como voltaje de *Hall* (V_H). Este V_H se relaciona con la densidad de portadores mediante la Ec. (4),

$$V_H = \frac{IB}{wen} \quad (4)$$

donde observamos que el V_H es inversamente proporcional a la densidad de portadores, Ec. (5)

$$n = \frac{IB}{weV_H} \quad (5)$$

El espesor de la muestra (w) es de $0.3\mu\text{m}$ [5], la carga del electrón (e), el campo magnético (B) es de 0.62 Teslas y tenemos que encontrar V_H e I .

Los voltajes de *Hall* reportados por el amplificador *lock-in* deberán ser multiplicados por $\sqrt{2}=1.414$ para obtener las amplitudes de cada valor dado por las muestras, Ec. (6),

$$V_H = V_{\text{con campo}} - V_{\text{sin campo}} \quad (6)$$

Para conocer la corriente que pasa por la muestra, se midió la resistencia de las muestras de CdS:Er, R_x . Se puede determinar de acuerdo a la Ec. (7) donde R_o es la resistencia de protección y en serie a R_x , A es la amplitud de la alimentación, y V_o es la caída de tensión en R_o .

$$R_x = \left(\frac{A}{V_o} - 1 \right) R_o \quad (7)$$

Por otro lado, dado que el voltaje de *Hall* medido es alterno, se debe determinar su amplitud, en consideración de que estas expresiones son válidas para voltajes y corrientes *DC*. Con la Ec. (8) podemos hallar el valor de la corriente que fluye en la muestra, donde A_{Hall} es la amplitud de la señal a la salida del transformador, en el momento de efectuar la medición del voltaje *Hall*, siendo un valor constante para todas las muestras de 0.2 volts.

$$I = \frac{A_{Hall}}{R_x} \quad (8)$$

3. Configuración experimental

La configuración experimental del sistema para la medición del voltaje de *Hall* en las muestras de CdS, exige la participación de elementos y accesorios de ciertas características. Por esta razón, la medición de V_h se realizó en base a una configuración que incluye un generador de señales modelo 4011A de la marca *B&K PRECISION*, dos imanes de neodimio tipo disco, un transformador reductor de 110VAC a 16 VCD, diez muestras de CdS:Er, y un amplificador *lock-in* modelo SR-530m de marca *Stanford Research*. La Fig. 2 muestra esquemáticamente la disposición de los instrumentos, y las interconexiones debidas para realizar las mediciones.

Con el fin de implementar la técnica de detección sensible a fase, la señal que se desea medir debe ser periódica, así que para conseguir que el voltaje *Hall* cumpla con este requisito, el campo magnético B o la corriente I debe ser periódica. De este modo, escogemos I para que sea periódica al conectar la muestra mediante un transformador a un generador de onda senoidal, con frecuencia de 20Hz, frecuencia suficientemente baja para tener una aproximación a una alimentación a *DC*, sin dejar de ser una señal variante en el tiempo. Esta señal se hace pasar a través de un transformador que sirve

para aislar eléctricamente la señal de polarización con la señal de voltaje de *Hall* a medir en la muestra en sometimiento.

Dado que el V_H aparece en forma perpendicular a la corriente que fluye entre los nodos *a* y *b* de la película delgada, el voltaje de *Hall* se toma de los nodos *c* y *d* para ser introducido al amplificador *lock-in*, ver Fig. 2.

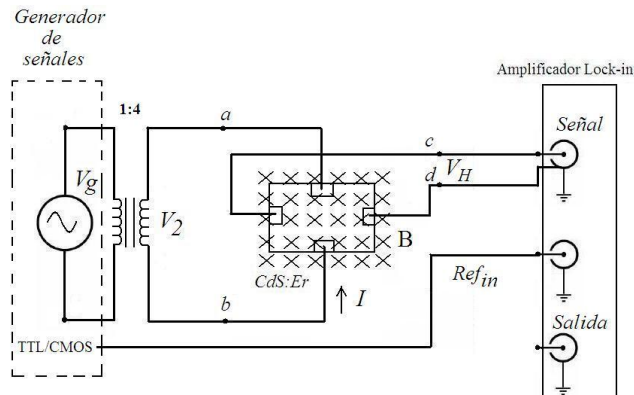


Fig. 2 Sistema para medir el voltaje de Hall.

Con el objetivo de medir la corriente I que circula en los nodos *a* y *b*, es necesario conocer la resistencia de la muestra. La película se conecta en serie a una resistencia de valor resistivo del orden de $M\Omega$, para proteger la integridad eléctrica de la película, permitiendo así el paso de una corriente eléctrica muy pequeña y tolerable a la potencia que puede soportar tal película delgada y una fuente de voltaje alterno de frecuencia igual a la de referencia. Esto con el fin de satisfacer los requerimientos de la técnica *lock-in*, Fig. 3.

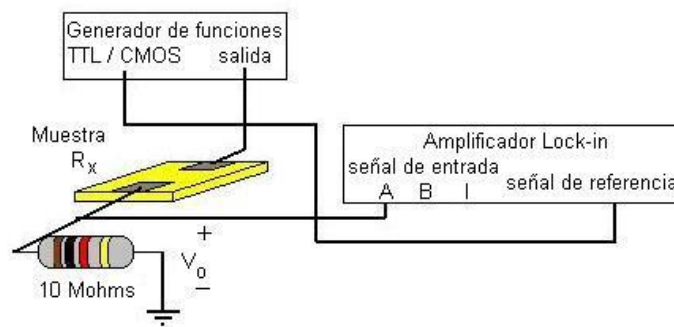


Fig. 3 Divisor de voltaje para medir la resistencia de la película de semiconductor R_x

Este circuito eléctrico se aprovecha para medir en forma indirecta la resistencia de la película de semiconductor R_x . La expresión mostrada en la Ec. (6), se deduce del divisor de voltaje que se genera en la malla del circuito periférico para poder medir en

forma indirecta y a través de la Ley de Ohm el valor de la resistencia de la película delgada, R_x .

3. Discusión de resultados.

3.1 Estimación de la densidad de portadores a partir del voltaje de *Hall*

En la Fig. 4 se puede apreciar que existe una tendencia al aumento del voltaje de *Hall* en cada muestra, en la medida que el nivel de dopamiento del Erblio incrementa. Con este último dato se está en condiciones para estimar la densidad de portadores en cada una de las muestras. Para enfatizar las diferencias de densidades de portadores por unidad de volumen de cada muestra, el valor correspondiente a cada una de ellas se somete al tratamiento logarítmico, el cual consiste en someter a la función logaritmo a la Ec. (5), produciéndose así la curva: $\text{Log}(n)$: [densidad de portadores/m³] versus volumen relativo (ml).

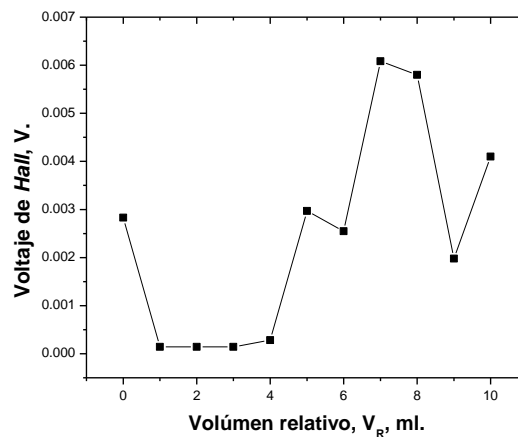


Fig. 4 El voltaje de *Hall* presenta una tendencia al aumento al incrementar el volumen relativo de dopamiento con Erblio.

Una vez realizado este procedimiento se genera la Fig. 5, en la cual se aprecia una relación proporcional entre $\text{Log}(n)$ y V_R para las primeras muestras, hasta llegar a una saturación, que se alcanza debido a la formación de Sulfuro de Erblio (ErS) en pequeñas proporciones para V_R elevados, lo que reduce la densidad de portadores de las muestras de CdS:Er .

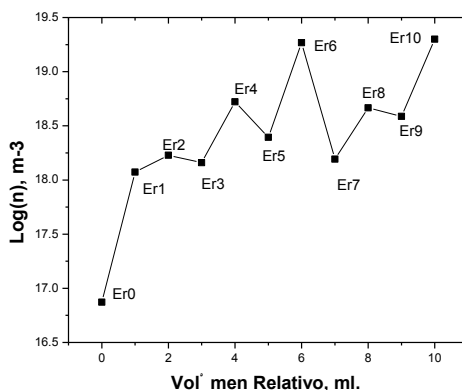


Fig.5 La curva de Log(n) vs V_R , se observa una relación proporcional entre n y V_R , hasta llegar a una saturación

3.2 Discusión y análisis comparativo de los resultados

Como instrumentos de comparación se consideraron los trazadores de curvas, que permiten calcular la *recta pendiente* de cada una de las muestras. El primer instrumento es un trazador de curvas analógico *Curve Tracer 577* de la marca *Tektronix*, y el segundo se basa en una tarjeta de adquisición de datos controlada por el *software LabView* (instrumentación virtual).

Las densidades de portadores en las primeras cinco muestras, se alcanzan diferencias de hasta 3.628×10^{18} , mientras que a partir de la sexta en adelante las discrepancias ascienden hasta diferencias de 4.669×10^{19} . No se debe despreciar que el perfil de distribución de ambas curvas son muy parecidas, particularmente al momento de describir el aumento y disminución de las densidades de portadores en función del volumen relativo del Er^{3+} como dopante de la muestra. Ahora bien, si superponemos los resultados arrojados por la técnica *lock-in*, como se muestra en la Fig. 6, y considerando la alta precisión de esta técnica podemos decir que el perfil correcto de los valores de densidad de portadores correcto corresponden a la curva de símbolos cuadrados (*lock-in*), e incluso señalar que el trazador de curvas virtual *LabView* tiene una precisión mayor que del trazador de curvas 577.

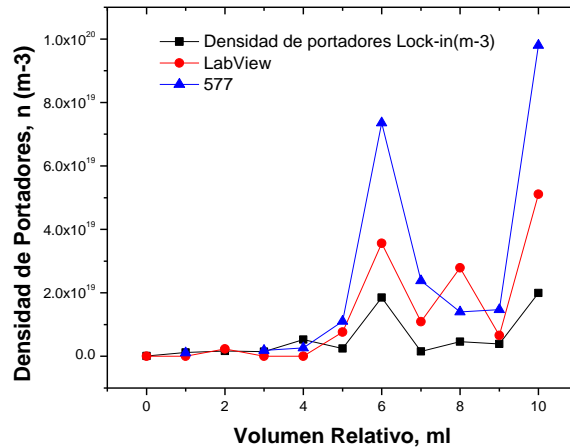


Fig. 6 Superposición de las tres curvas de densidad de portadores mediante los trazadores de curvas (LabView y 577), y la técnica Lock-in

Esta disminución en la magnitud de los valores se le atribuye al hecho de que las mediciones tomadas con el *lock-in* suprimen al máximo el efecto de la presencia de las señales de ruido, y además se suprimen en mucho los errores de medición por apreciación (error de lectura humana).

Las técnicas de medición tradicionales se basan en la medición de dos variables importantes como lo son la corriente y el voltaje, dichas variables son medidas con un multímetro principalmente, es por ello que en este trabajo se propuso como una alternativa para medir estas variables el uso de un amplificador *lock-in*. La precisión que puede obtenerse con métodos de medición tradicionales son mucho menores que con la técnica que hemos desarrollado, porque el ancho de banda del amplificador *lock-in* es 10^4 veces más pequeño que la de un voltímetro digital, en lo que se aprecia hay una gran discriminación en la señal de ruido.

Mucho se ha dicho que la técnica *lock-in* tiene la capacidad de realizar mediciones de niveles de voltajes del orden de nanovolts inmersos en señales de ruidos del orden de volts, pero no siempre se ha destacado en que aspectos del equipo y de la técnica radica esta capacidad. Para hacer una valoración del error introducido por la técnica del *lock-in* en la medición del voltaje de *Hall*, es necesario realizar el siguiente análisis y consideraciones para alcanzar este fin.

Se ha seleccionado una frecuencia de referencia de 20 Hz, tanto para no despertar propiedades capacitivas en la película delgada, y estar en el espectro bajo de detección del *lock-in*. La frecuencia es lo suficientemente baja para evitar corrimiento de fase y errores de amplitud debido a la constante de tiempo RC de la película delgada y de la capacitancia de los electrodos. La sensibilidad de 100 nV a escala completa acopla la señal esperada proveniente de nuestra muestra. La sensibilidad es calibrada al 1%. La estabilidad de la salida de los instrumentos también afecta la precisión de la medición. Para la reserva dinámica requerida, la estabilidad de salida es de 0.1%/°C para un cambio de temperatura de 10 °C nosotros esperamos un error del 1%.

Una señal de ruido de E/S (entrada/salida) de $7\text{nV}/\sqrt{\text{Hz}}$ manifestará por sí solo un nivel de ruido de 1.2nV rms después de un filtro pasabajas de 10 segundos ya que el ancho de banda de ruido equivalente de un filtro monopolar es de $1/4RC$. La salida convergerá exponencialmente al valor final con una constante de tiempo de 10 segundos. Si antes de tomar la lectura, esperamos 50 segundos, la salida alcanzará al 0.7% de su valor final. Para señales de ruido que son de cien veces la amplitud de la señal de interés, se requiere una reserva dinámica de 60dB. Empleando el filtro pasa banda o el filtro de muesca es posible agregar más reserva dinámica. Un error de corrimiento de fase en el circuito de rastreo PLL causa un error en la medición que es igual al coseno del error de fase. La precisión de fase de un grado del SR530 no hará una contribución significativa al error de medición [6].

Tabla 1. Especificaciones del sistema de medición

Especificación	Valor	Error
Sensibilidad de escala completa	100nV	
Reserva dinámica	60 dB	
Frecuencia de referencia	20 Hz	
Precisión de ganancia	1%	1%
Estabilidad de salida	0.1%/°C	1%
Ruido de E/S	<7 nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$	1.2%
Constante de tiempo de salida	>10 S	0.7%
Precisión	$\pm 1 \text{ nV}$	
Total Error rms		2%

4. Conclusiones

Se presentó una técnica de medición de alta precisión para determinar la densidad de portadores en películas delgadas de semiconductor, y las condiciones bajo las cuales es aplicable a la medición del voltaje de *Hall* como principal parámetro para determinar la densidad de portadores en estas películas, con una precisión de $\pm 1 \text{ nV}$. Los métodos tradicionales: trazadores de curva *V-I*, instrumentos virtuales, y principalmente los basados en la medición del voltaje de *Hall*, ofrecen márgenes de precisión 10^4 veces más grandes comparados con el de la técnica *lock-in*, la cual presenta alta sensibilidad y una alta discriminación a señales de ruido. Se demostró que la medición de la densidad de portadores, realizadas con la técnica *lock-in*, comparada con las técnicas tradicionales, es sistemáticamente exacta y confiable.

Agradecimientos

Agradecimientos por su apoyo parcial a la Vicerrectoría de Investigación y Estudios de Posgrado (VIEP) de la BUAP (ref. DAPJ-ING10-G), y al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) por su apoyo mediante el proyecto ref. J51757.

Referencias

- [1] AichaElshabini-Riad& Fred D. Barlow III, *Thin film technology handbook*, Editorial McGraw Hill, 1997
- [2] Gary E. McGuire, *Characterization of Semiconductor Materials- Principles and Methods*, Noyes Publications, Park Ridge, New Jersey, 1989
- [3] Schoroder, D.K. *Semiconductores Material and device characterization*, John Wiley & Sons, NY, 1990
- [4] Meyer, J.R. Hoffman, C.A. Bartola, D.A. Arnold, S. Sivananthan and J.P. Faurie, *Methods for Magnetotransport Characterization of IR Detector Materials*, *Semicond. Sci. Technol.*, 805-823, (1993)
- [5] ASTM Standard F76-86, *Standard Method for measuring Hall mobility and Hall Coefficient in extrinsic semiconductor single crystals*, *Annual Book of ASTM standards*, Am. Soc. Test. Mat. Philadelphia, (1991)
- [6] J.A. Dávila Píntle, O. Portillo Moreno, E. Molina Flores; *An amplitude modulator for digital communications by using polycrystalline CdS thin doped with erbium*; *Advances in Technology in Materials and Materials Processing Journals*. Vol. 8, pág. 77-80, ATM de Japón, (2006)

