

# DESARROLLO EN MÉXICO DE PATRONES DE RESISTENCIA ELÉCTRICA BASADOS EN EL EFECTO HALL CUÁNTICO

A. Guillén-Cervantes<sup>1,5,\*</sup>, Z. Rivera-Alvarez<sup>1,5,\*</sup>, F. Hernández<sup>1,2,\*</sup>, J. Huerta-Ruelas<sup>1</sup>  
V. H. Méndez-García<sup>3</sup>, L. Zamora<sup>3</sup>, R. Peña Sierra<sup>4</sup>, M. Meléndez-Lira<sup>5</sup>, y M. López-López<sup>5,\*\*</sup>

<sup>1)</sup> Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada del IPN.

Av. Legaria # 694, Col. Irrigación. C.P. 11500, Del. Miguel Hidalgo. México, D.F.

<sup>2)</sup> Centro Nacional de Metrología, km 4.5 Carretera a Los Cués, Municipio El Marqués. C.P. 76900, Querétaro, México. Apdo. Postal 1-100 Centro, C.P. 76000.

<sup>3)</sup> Instituto de Investigación en Comunicación Óptica, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, Alvaro Obregón 64, San Luis Potosí, S.L.P, México 78000

<sup>4)</sup> Sección de Electrónica de Estado Sólido, Departamento de Ingeniería Eléctrica, Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN, Apdo. Postal 14-740, México D.F., México 07000,

<sup>5)</sup> Departamento de Física, Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN, Apdo. Postal 14-740, México D.F., México 07000, Teléfono: +52 55 57 47 38 28, Fax: +52 55 57 47 70 96

\*) Estudiante de posgrado en CICATA-IPN

\*\*) E-mail: mlopez@fis.cinvestav.mx

**Resumen:** Se presentan los avances en el desarrollo de muestras semiconductoras para obtener patrones de resistencia eléctrica basados en el Efecto Hall Cuántico (EHC) en México. Dispositivos de AlGaAs/GaAs fueron fabricados por Epitaxia de Haces Moleculares con la estructura apropiada para observar el EHC. Se reportan los resultados de las caracterizaciones eléctricas y ópticas comparados con los de un estándar de EHC. Se emplearon las técnicas de Fotorreflectancia y Fotoluminiscencia como herramientas para evaluar la calidad los dispositivos, también se demuestra una relación entre las mediciones eléctricas y los resultados de la caracterización óptica al evaluar la confiabilidad de los dispositivos.

## INTRODUCCIÓN

El comercio mundial, en el cual México participa activamente, establece la necesidad de emplear patrones de alta calidad reconocidos internacionalmente para efectuar transacciones comerciales confiables. En este contexto tres instituciones mexicanas (CINVESTAV, IICO y CICATA), en colaboración con el Centro Nacional de Metrología (CENAM) han diseñado un proyecto ambicioso cuyo objetivo principal es el desarrollo de muestras semiconductoras para ser utilizadas como patrones de resistencia eléctrica basados en el Efecto Hall Cuántico. (EHC) [1].

El EHC es un fenómeno físico que se observa a bajas temperaturas (~1 K) en presencia de campos magnéticos elevados (~10 T), en estas condiciones la resistencia Hall  $R_H$  en la muestra semiconductoras de EHC asume valores cuantizados  $R_H = h/ie^2$ , donde  $i$  es un número entero,  $h$  es la constante de Planck y  $e$  la carga del electrón. Dado que el valor de  $R_H$  depende de constantes físicas bien establecidas se puede obtener una referencia de resistencia eléctrica invariable de parámetros externos como: presión, humedad, tiempo entre otros [2]. Los patrones basados en el EHC ofrecen enormes ventajas sobre los patrones de resistencia

convencionales fabricados de alambre: su estabilidad constante en el tiempo, así como incertidumbres mas pequeñas en la reproducción del Ohm, entre otras [3].

El EHC fue observado por primera vez en Si-MOSFET (Transistores de Efecto de Campo de Metal-Óxido-Semiconductor). Sin embargo, en la actualidad heteroestructuras de AlGaAs/GaAs que contienen un gas de electrones en dos dimensiones (2-DEG) son las más empleadas en Metrología. Los estándares de EHC son fabricados con técnicas de crecimiento sofisticadas como Epitaxia por Haces Moleculares (EHM) ó Epitaxia en Fase Vapor de Compuestos Metalorgánicos (EFVCM), donde los parámetros de crecimiento son cuidadosamente controlados [2,3]. Algunos aspectos importantes en el diseño de los dispositivos de EHC que deben ser controlados son: la calidad cristalina de los materiales, la rugosidad superficial y la calidad de las interfaces entre los materiales depositados.

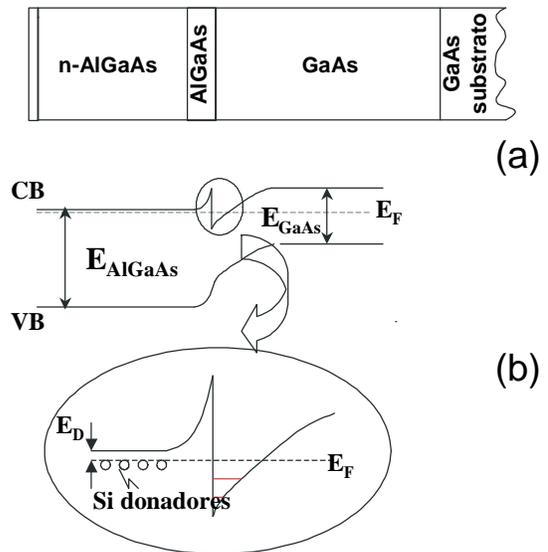
En este trabajo se describen los avances obtenidos en el desarrollo de muestras semiconductoras para ser utilizadas como patrones de resistencia eléctrica basados en el EHC, asimismo se utilizan las técnicas de Fotorreflectancia (FR) y Fotoluminiscencia (FL) como herramientas útiles para evaluar la confiabilidad de los dispositivos.

## DETALLES EXPERIMENTALES

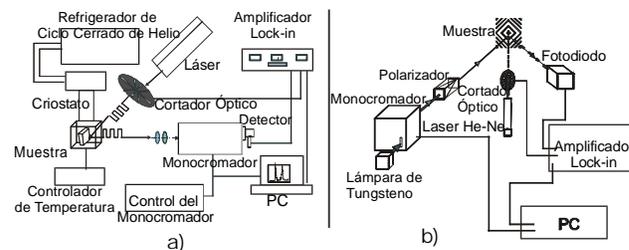
En la figura 1a. se describe la estructura de los dispositivos de EHC caracterizados en este trabajo. Heteroestructuras de AlGaAs/GaAs que contienen un 2-DEG se fabricaron por la técnica de EHM sobre sustratos de GaAs semi-aislantes a una temperatura de crecimiento de 650 °C en un sistema Riber 32P con una presión base menor a  $10^{-10}$  mbar. Se utilizaron celdas tipo Knudsen convencionales de Si, Al y Ga en el depósito de los materiales, con excepción de la muestra M7, donde se utilizó una celda tipo “cracker” que permite romper las moléculas de As. Las estructuras fabricadas consisten en una capa colchón de 3.5  $\mu\text{m}$  de espesor, 6 nm de AlGaAs, enseguida 90 nm de AlGaAs tipo n impurificado con Si en el orden de  $10^{18} \text{ cm}^{-3}$ , finalmente se depositaron 10 nm de GaAs como capa protectora. El arreglo experimental para las mediciones de FL se ilustra en la figura 2a. Se usó como fuente de excitación un láser de He-Ne de longitud de onda de 632.8 nm en los experimentos a 10 K. La señal emitida por las muestras fue procesada en un monocromador doble SPEX de 0.8 m de longitud, detectada por un multiplicador fotónico y los datos obtenidos fueron procesados por una PC. La figura 2b. muestra el arreglo para las mediciones de FR. Se utilizó una lámpara de Wolframio adherida a un monocromador ACTON de 0.275 m de longitud. La señal reflejada de la muestra fue sensada por un detector de Si cuya respuesta fue procesada por una PC. La movilidad electrónica de las muestras fue evaluada por mediciones de efecto Hall clásico a 77 K con una corriente de 0.1 mA en un campo magnético de 0.15 T. Las características ópticas y eléctricas así obtenidas de las estructuras diseñadas, fueron comparadas con aquellas de un estándar de EHC de alta calidad (muestra MS) usado actualmente por el Centro Nacional de Metrología (CENAM).

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la figura 1b se ilustra el diagrama de bandas de un dispositivo de EHC. La diferencia entre las brechas de energía del GaAs y el AlGaAs causa una discontinuidad en la banda de conducción. Esto define un pozo de potencial cuasi-triangular (mostrado en el recuadro de la figura 1b), donde los electrones provenientes de la región altamente impurificada del n-AlGaAs, quedan atrapados y restringidos a moverse en el plano de la interface formando un gas de electrones en dos dimensiones.

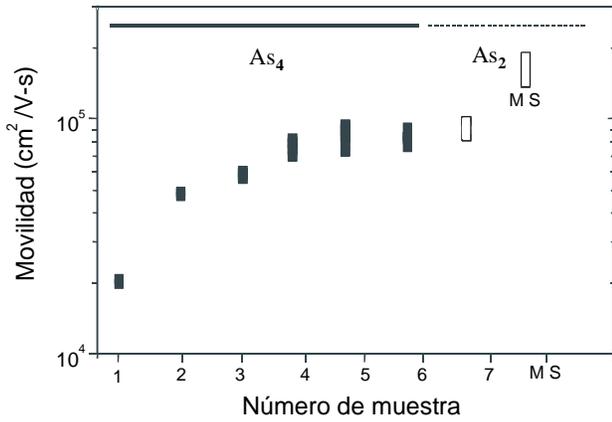


**Fig. 1** Estructura de los dispositivos estudiados en el presente trabajo. En (a) se muestra un dibujo del dispositivo. En (b) un esquema del diagrama de bandas. El gas de electrones en dos dimensiones se forma en el pozo de potencial triangular entre el AlGaAs y el GaAs.



**Fig. 2** Sistemas de caracterización óptica. En (a) se presenta el esquema de fotoluminiscencia. En (b) se muestra el correspondiente esquema para fotorreflectancia.

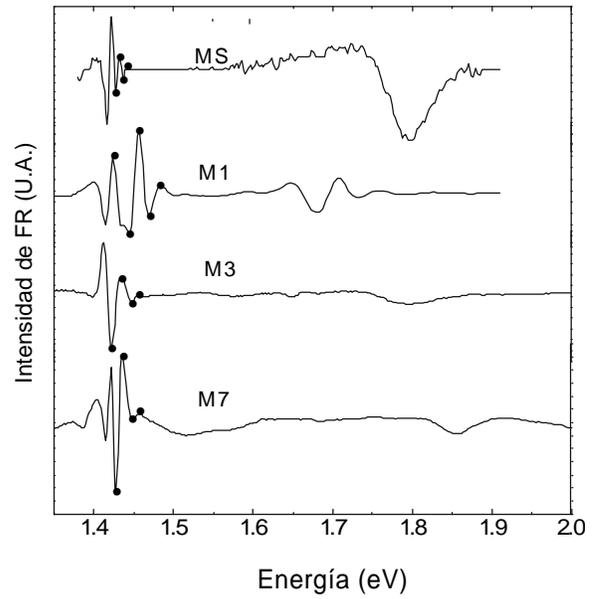
En la figura 3 se muestra una gráfica de la movilidad de las muestras obtenida de las mediciones Hall a 77 K. El valor encontrado para el estándar MS fue de  $160\,000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ . Este elevado valor refleja las excelentes características de la muestra MS. En la figura se observa también que las muestras crecidas al inicio del proyecto presentan bajos valores de movilidad ( $\sim 20\,000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ ), mientras que aquellas fabricadas después de numerosos crecimientos tienen valores más elevados de movilidad ( $\sim 100\,000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ ). Estos resultados muestran un importante progreso en el proceso de fabricación de muestras de EHC.



**Fig. 3** Movilidad electrónica de los dispositivos de EHC calculada de las mediciones Hall a 77 K. Nótese el ascenso de la movilidad como función del número de crecimiento.

Las mejoras en las características ópticas y eléctricas de materiales crecidos por EHM se han relacionado con la operación continua de los sistemas de crecimiento bajo condiciones de ultra alto vacío [4]. La razón ha sido adjudicada al degasado de los elementos del reactor del sistema en cada crecimiento.

Los espectros de FR del estándar MS así como de tres muestras representativas se encuentran en la figura 4. Las estructuras M1, M3 y M7 representan el estado inicial, el intermedio y el actual del proyecto con el objeto de mostrar los avances obtenidos. Los espectros presentan oscilaciones, llamadas Oscilaciones de Franz-Keldysh (OFK), por encima de 1.4 eV correspondientes a la región espectral de la brecha prohibida del GaAs. De la comparación de los espectros en esta región se observa que el periodo de oscilación es menor para la muestra MS. Mientras que la forma de la línea del espectro es más ancha para las muestras M1 y M3. Adicionalmente en la figura 4 se observa una señal a 1.79 eV asociada al valor de la brecha prohibida del AlGaAs. Para la muestra M1 la señal tiene OFK en la región del AlGaAs, mientras que para MS, M3 y M7 exhibe un pico ancho característico de materiales altamente impurificados.



**Fig. 4** Espectros de FR de los dispositivos de EHC analizados en este trabajo. Los puntos indican los extremos considerados en el análisis.

Aplicando el modelo propuesto por Aspnes y Studna [5] la magnitud del campo eléctrico interno fue calculado a partir de las OFK. La energía de los extremos de las OFK,  $E_j$ , se encuentra relacionada con el valor de la brecha prohibida del material  $E_g$  y con la magnitud del campo eléctrico  $F_{int}$  por medio de las siguientes expresiones:

$$E_j = \hbar\Omega F_j + E_g \quad (1)$$

con

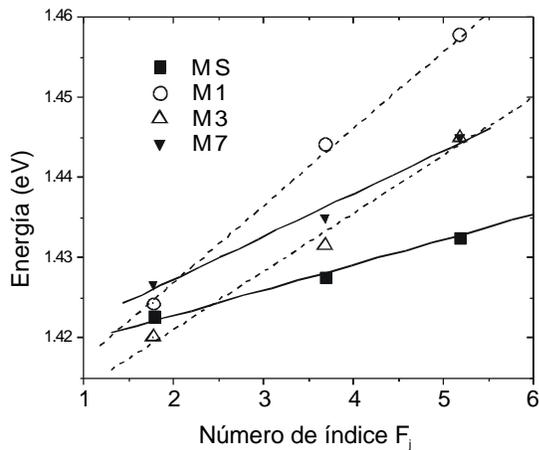
$$\hbar\Omega = \left( \frac{e^2 F_{int}^2 \hbar^2}{8m} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (2)$$

y

$$F_j = \left[ \frac{3p}{2} \left( j - \frac{1}{2} \right) \right]^{\frac{2}{3}} \quad (3)$$

Donde  $e$  es la carga del electrón,  $\hbar\Omega$  la energía electro-óptica de una partícula con masa reducida  $\mu$  que interviene en la transición entre las bandas, y  $j$  se refiere al  $j$ -ésimo extremo de energía.

En la figura 5 se graficaron los extremos de energía  $E_j$  versus el número de índice  $F_j$  para los extremos de energía marcados con puntos en los espectros de la figura 4.



**Fig. 5** Ajustes a una línea recta de los extremos de las oscilaciones en la señal de FR para las muestras representativas. La pendiente está relacionada con la magnitud del campo eléctrico mediante la ecuación (2).

De acuerdo con el modelo, la curva debería corresponder a una línea recta, de pendiente relacionada con la magnitud del campo eléctrico por medio de la ecuación (2). La ordenada al origen corresponde al valor de la brecha prohibida del material. Los resultados se resumen en la tabla 1.

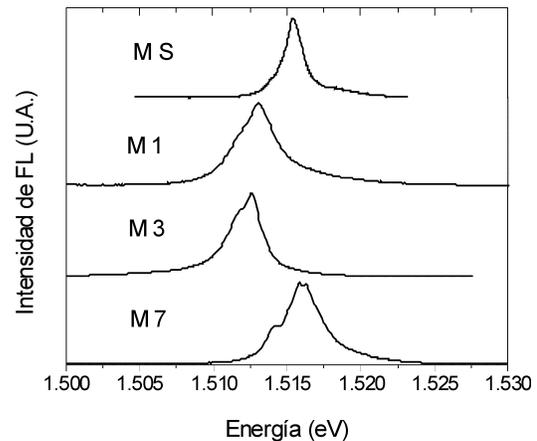
Muestra	$\mu_{77}$ ( $\text{cm}^2/\text{Vs}$ )	$F_{\text{int}} \times 10^6$ (V/m)	$E_{\text{FL}}$ (eV)
M S	160 000	0.43	1.5154
M 1	20 000	7.24	1.5113
M 2	49 000	4.3	1.5120
M 3	60 000	3.5	1.5130
M 4	78 000	2.5	1.5124
M 5	88 000	1.0	1.511
M 6	85 000	0.97	1.510
M 7	100 000	0.94	1.516

**Tabla I.** Resumen de las características de las muestras. Las magnitudes del campo eléctrico  $F_{\text{int}}$  fueron calculadas mediante el modelo Franz-Keldysh. La movilidad  $\mu_{77}$  fue obtenida de mediciones de efecto Hall.  $E_{\text{FL}}$  representa la posición del pico en los espectros de fotoluminiscencia.

Un resultado notable es que las menores magnitudes de campo eléctrico obtenidas corresponden a las muestras con valores de movilidad más alto (ver la tabla 1 y la figura 3). Dado que las muestras tienen la misma estructura, se asocian las diferencias encontradas en el análisis previo con la incorporación involuntaria de

impurezas residuales durante el crecimiento de las heteroestructuras por EHM [6,7]. Este hecho coincide con las importantes mejoras debidas al degasado de los componentes del sistema de crecimiento discutidas con anterioridad y también coincide con el comportamiento de la movilidad de la figura 3. En la etapa inicial, durante los primeros crecimientos, las impurezas residuales desorbidas de los elementos del sistema se podrían haber incorporado sobre la superficie de las muestras fabricadas. Es importante mencionar que la densidad de impurezas incorporadas involuntariamente en las heteroestructuras de AlGaAs/GaAs afecta dramáticamente las propiedades de transporte eléctrico de las muestras [6,7]. La operación continua del equipo bajo condiciones de ultra alto vacío disminuye la cantidad de impurezas residuales, mejorando con ello las características ópticas y eléctricas de los dispositivos.

En este punto es importante resaltar que la correlación encontrada de la movilidad con la magnitud de los campos eléctricos, determinados por FR a 300 K, ofrece la posibilidad de emplear esta técnica como una herramienta para evaluar la calidad de las estructuras que pretendan ser usadas como estándares de EHC con algunas ventajas sobre las mediciones eléctricas. FR es una técnica de bajo costo, que no usa contactos y que se efectúa a temperatura ambiente. En pocos minutos y a bajo costo, se puede obtener información sobre la calidad cristalina, el valor de la brecha prohibida, así como el contenido de Al, indicadores de calidad y requisitos a cumplir, de las estructuras que se pretende utilizar para dispositivos de EHC.



**Fig. 6** Espectros de FL a 10K de dispositivos de EHC. Se observan fuertes diferencias en la posición de los picos y en la forma de línea.

Los espectros de FL para la región espectral correspondiente al GaAs de las muestras MS, M1, M3 y M7 se presentan en la figura 6, en la cual se observan diferencias notables en cuanto a la posición del pico principal, así como la forma de línea de los espectros la muestra MS de referencia exhibe una señal muy angosta centrada en 1.5154 eV que corresponde al excitón libre [8]. La magnitud de esta transición es un indicador de la alta calidad cristalina del material. El estándar otra vez presenta las mejores características. En la figura 6 los espectros de FL de las muestras fabricadas al principio del proyecto muestran un pico ancho con una transición en 1.513 eV, la cual ha sido asociada a excitones ligados a donores ionizados, e indica una calidad cristalina menor comparada con el estándar, en concordancia con los resultados de movilidad. En contraste, el espectro de FL de la muestra M7 tiene importantes contribuciones de las transiciones del excitón libre, características de un material con excelentes propiedades ópticas y cristalinas. Este resultado concuerda con la movilidad electrónica de la muestra M7, cuyo valor es el más aproximado al de la referencia MS. Es importante mencionar que M7 fue crecida con una celda de As tipo "cracker". El uso de este tipo de celdas de efusión permite romper los tetrámeros de  $As_4$  y generar  $As_2$ . La molécula binaria de  $As_2$  es más fácil de incorporar en la superficie del GaAs debido a su alto coeficiente de pegado (cerca a la unidad), en contraste con el  $As_4$  que tiene un coeficiente de pegado  $\leq 0.5$  [9]. El uso de  $As_2$  permite incrementar la calidad de las películas de GaAs como se puede observar de los resultados obtenidos en este trabajo.

## CONCLUSIÓN

Se emplearon las técnicas de FL y FR para analizar dispositivos de EHC. Los resultados de la caracterización óptica concuerdan con los valores de movilidad electrónica obtenidos de las mediciones de efecto Hall clásico. De los resultados de FR se encontró una relación entre las cifras de movilidad y la magnitud del campo eléctrico interfacial calculado por medio del análisis de OFK. Los dispositivos con valores mayores de campo eléctrico presentaron los menores valores de movilidad. Este hecho fue explicado en términos de la cantidad de impurezas incorporadas involuntariamente durante el crecimiento de las heteroestructuras. Las impurezas residuales afectan dramáticamente el transporte eléctrico en el dispositivo. La técnica de FR emerge como una herramienta interesante, de bajo costo, no

destruccion y de aplicación a temperatura ambiente, para evaluar la calidad estructural y óptica de materiales que pueden ser utilizados para estándares de EHC. De acuerdo con los resultados se puede predecir si una muestra exhibirá valores elevados de movilidad dependiendo de la magnitud de los campos eléctricos interfaciales. Muestras semiconductoras con movilidades electrónicas elevadas son un prerrequisito para observar a temperaturas criogénicas las plateas de resistencia en el EHC [2,3]. Cabe mencionar que el ancho de las mismas se encuentra directamente relacionado con la estabilidad y precisión de los dispositivos de EHC. Empleando la técnica FL se evaluó la calidad de las muestras relacionada directamente con la transición del excitón libre. Se observaron, además, los efectos que la incorporación de dímeros y tetrámeros de As tienen sobre las características ópticas y eléctricas de los dispositivos de EHC. La muestra con la movilidad electrónica más aproximada a la del estándar se creció con  $As_2$ . Los resultados aquí presentados demuestran un considerable avance en el desarrollo de muestras semiconductoras que pueden ser utilizadas como patrones de resistencia eléctrica basados en el EHC en México. Se esperan mayores progresos mediante la optimización de los diferentes procesos involucrados en la fabricación de los dispositivos.

## AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue apoyado parcialmente por el CONACyT y CEGPI-IPN.

## REFERENCIAS

- [1] K. von Klitzing, K. G. Dorda, y M. Pepper, *Phys. Rev. Lett.*, 45 (1980) 495.
- [2] T. J. Witt, *Rev. Sci. Inst.*, 69 (1998) 2823.
- [3] A. Hartland, *Metrologia*, 29 (1992) 175.
- [4] L. Pfeiffer, K. W. West, H. L. Störmer, y K. W. Baldwin, *Appl. Phys. Lett.*, 55 (1989) 1888.
- [5] D. E. Aspnes, y A. A. Studna, *Phys. Rev. B*, 7, (1973) 4605.
- [6] M. López-López, M. Meléndez Lira, y S. Goto, *Appl. Phys Lett.*, 71 (1997) 338.
- [7] A. Guillén Cervantes, Z. Rivera Álvarez, F. Hernández, J. Huerta, V. H. Méndez García, A. Lastras Martínez, L. Zamora, N. Saucedo, M. Meléndez Lira, y M. López López, *Rev. Mex. Fis.*, 47 (2001) 548.
- [8] *The Technology and Physics of Molecular Beam Epitaxy* Editado por E. H. C. Parker, Plenum Press, 1985, N.Y., p 47.
- [9] S. Yamada, J. Okayasu, S. Gozu, C. U. Hong, H. Hori, *J. Cryst. Growth*, 201/202 (1999) 800.